

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

ÉTUDE DES PARAMÈTRES D'INJECTION DES COMPOSITES DE FIBRES  
NATURELLES ET DE L'AMÉLIORATION DES PERFORMANCES  
MÉCANIQUES DU MATÉRIAU POUR L'IMPRESSIION 3D

DOCTORAT PRÉSENTÉ À  
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES  
COMME EXIGENCE PARTIELLE DU

DOCTORAT EN INGÉNIERIE  
OFFERT EN EXTENSION  
EN VERTU D'UN PROTOCOLE D'ENTENTE  
AVEC L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI

PAR  
AGBELENKO KOFFI

FÉVRIER 2021

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

DOCTORAT EN ÉTUDES QUÉBÉCOISES (PH. D.)

**Direction de recherche :**

DEMAGNA KOFFI	Directeur de recherche
---------------	------------------------

---

LOTFI TOUBAL	Codirecteur de recherche
--------------	--------------------------

---

**Jury d'évaluation**

DEMAGNA KOFFI	Directeur de recherche
---------------	------------------------

---

LOTFI TOUBAL	Codirecteur de recherche
--------------	--------------------------

---

ÉRIC LORANGER	Président du jury
---------------	-------------------

---

ERCHIQUI FOUAD	Évaluateur externe
----------------	--------------------

---

GUYH DITUBA NGOMA	Évaluateur externe
-------------------	--------------------

---

Thèse soutenue le 17-12-2020

Université du Québec à Trois-Rivières  
Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

## Dédicace

Gloire soit rendue à **Dieu d'Amour, de Grâce et de Fidélité** pour toutes ces années  
passées à l'UQTR.

Je dédie cette thèse de doctorat spécialement,

à mes parents **Attignon Woléwo** et **Koffi Amégnonan Boniface** (en sa mémoire),

à mes **Frères et Sœurs**,

ainsi qu'à la famille **Koffi-Dokpodzo**.

## Dedication

Glory be to **God of Love, Grace and Faithfulness** for all these years spent at UQTR.

I dedicate this doctoral thesis specially,

to my parents **Attignon Woléwo** and **Koffi Amégnonan Boniface** (to his memory),

to my **Brothers and Sisters**

as well as the **Koffi-Dokpodzo** family.

## Remerciements

Mes premiers remerciements et reconnaissances vont à mon directeur de thèse **Prof. Démagna Koffi** et à mon co- directeur de thèse **Prof. Lotfi Toubal** pour la bonne direction et leur engagement pour que cette thèse soit une réussite. Merci beaucoup.

Mes remerciements vont aussi aux **Prof. Dr.- Ing Hans-Werner Schmidt, Prof. Dr.- Ing Frank Dopper, Prof. Dr.-Ing. Volker Altstädt, Dr. Christian Neuber à Minde Jin, et à Christian Bay**, de l'université Bayreuth en Allemagne pour toute l'aide et expertise fournies nous permettant d'exécuter la partie « Impression 3D » de la thèse.

Je remercie les évaluateurs et membres du jury, le **Prof. Guyh Dituba Ngoma** (UQAT, évaluateur externe), le **Prof. Erchiqui Fouad** (UQAT, évaluateur externe), ainsi que le président du Jury le **Prof. Éric Loranger**.

Je remercie aussi **Mitacs Globalink, Mitacs Accélération, la bourse de Mobilité UQTR, le CNSRG et l'entreprise RO-MA** de Schawinigan pour le financement de la thèse.

Mes reconnaissances vont à l'Institut **d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies (I2E3)** de l'UQTR, au département **Génie mécanique de l'UQTR** d'avoir mis à notre disposition tout le matériel de laboratoire pour la fabrication des granules, des échantillons par injection et les tests mécaniques ainsi que le personnel du laboratoire à savoir Isabelle Boulan, Daniel Bégin, Céline, Agnès, etc. Mes remerciements vont aussi aux instituts **Bavaria Polymer Institute (BPI), Macromolecular Chemistry I, Lehrstuhl Umweltgerechte Produktionstechnik, Fraunhofer Institut** tous affiliés à l'université Bayreuth ainsi que **Neuen Materialien Bayreuth GmbH** en Allemagne ainsi que le personnel des laboratoires (**Andrea Hoffman, Christian Bay, Andressa Seefeld**).

C'est le moment de dire grand merci à mes **Frères, Sœurs, Tantes, Oncles, Cousins et Amis** qui, de loin ou de près m'ont aidé et encouragé pendant cette thèse. Grand merci à mon proprio **Saïd Haddad** et toute sa famille et aussi au **Pasteur Adama Dicko** et à sa femme **Anne Latour** pour le soutien.

Je remercie le **Groupe Biblique Universitaire (GBU)**, le **Bon Camarade**, le **BACC VERT** et le **Comité de Développement durable UQTR** et leurs **membres respectifs** qui m'ont permis de passer des moments agréables en leur compagnie et faciliter ainsi mon séjour à l'UQTR.

## Acknowledgments

My first thanks and acknowledgments go to my thesis supervisor **Prof. Démagna Koffi** and my thesis co-supervisor **Prof. Lotfi Toubal** for their good direction, management, and commitment to make this thesis a success. Thank you very much.

My thanks also go to **Prof. Dr. - Ing Hans-Werner Schmidt, Prof. Dr.- Ing Frank Dopfer, Prof. Dr.-Ing. Volker Altstädt, Dr. Christian Neuber , Minde Jin and Christian Bay** from **Bayreuth University** in Germany for all help and expertise provided, allowing us to carry out the "3D printing" part of the thesis.

I thank the reviewers and the members of the jury, **Prof. Guyh Dituba Ngoma** (UQAT, external reviewer), **Prof. Erchiqui Fouad** (UQAT, external reviewer) as well as the president of the Jury **Prof. Éric Loranger** (UQTR).

I would also like to thank **Mitacs Globalink, Mitacs Acceleration, UQTR Mobility scholarship, CNSRG and company RO-MA of Schawinigan** for the funding of the thesis.

My thanks go to **Institute of Innovations in Ecomaterials, Ecoproducts and Ecoenergy (I2E3) of UQTR**, to **Mechanical Engineering Department of UQTR** for providing us with all the laboratory equipment for the manufacture of granules, samples by injection and mechanical tests as well as laboratory staff namely **Isabelle Boulan, Daniel Bégin, Céline, Agnès**, etc. .

My thanks also go to the **Bavaria Polymer Institute (BPI), Macromolecular Chemistry I, Lehrstuhl Umweltgerechte Produktionstechnik, Fraunhofer Institut** all affiliated to **Bayreuth University** as well as **Neuen Materialien Bayreuth GmbH** in Germany and the laboratory staff (**Andrea Hoffman, Andressa Seefeld**)

It is the time now to say a big thank to my **brothers, sisters, aunts, uncles, cousins and**



**friends** who, from far and near, have helped and encouraged me during this thesis. Many thanks to **Said Haddad and all his family** for their support as well as to Pastor **Adama Dicko** and his wife **Anne Latour**.

I would like to thank” **Groupe Biblique Universitaire (GBU)**”, **“Bon Camarade”**, **“BACC VERT”** **“Comité de Développement durable UQTR”** and their members who allowed me to spend very great moments with them and facilitate my stay at UQTR.

## Résumé

Cette thèse qui a pour titre « Étude des paramètres d'injection pour la fabrication des engrenages en composites et nano-composites de fibres naturelles et de l'amélioration des performances mécaniques et rhéologiques du matériau pour l'impression 3D » est la suite d'une série de recherches sur les composites à fibres de bois à base des polyoléfines comme matrice entamé il y a presque une décennie par les chercheurs de l'UQTR, Démagna, Koffi, Lotfi Toubal, et Kokta Bohuslav-Vacla. Ils ont réussi successivement à l'aide de plusieurs thèses de doctorat et de maîtrise à synthétiser d'une façon efficace les composites à fibres de bois, étudier leurs comportements mécaniques, thermomécaniques, rhéologiques et surtout tribologiques sans oublier les aspects comme l'endommagement et la recyclabilité. De plus, les travaux ont permis d'obtenir les pièces mécaniques comme des roues dentées en composites de fibres de bois avec des équipements limités de laboratoire. À la suite des résultats plus qu'encourageants obtenus dans les laboratoires, l'objectif de fabriquer les pièces comme cela se doit dans l'industrie impose l'utilisation de moulage par injection. Il devient de plus en plus évident avec la revue de littérature qu'utiliser la température du moule ou d'injection pour les thermoplastiques vierges et en particulier le PE pendant l'injection des composites de fibre de bois peut conduire à des pièces de propriétés médiocres. Les effets de la pression ou de la température sur le plastique et sur le bois sont différents. Aussi l'augmentation de la teneur en fibres de bois peut nécessiter, par exemple, une augmentation ou une diminution de la pression ou de la température d'injection. Ainsi, l'un des objectifs de cette thèse est l'étude des paramètres d'injection sur la fabrication des éprouvettes (flexion, traction, Izod,) en composites de fibres de bois (fibres de bouleau) avec le HDPE. Trois paramètres d'injection qui sont la température d'injection, la pression d'injection et le temps de refroidissement ont été étudiés selon le plan expérimental L4 de Taguchi (3 facteurs à 2 niveaux chacun). Les niveaux de températures 180°C et 200°C, de pression 13500 Psi et 15000 Psi et le temps de refroidissement 15s et 45s ont été choisis après une revue de littérature sur les paramètres d'injection et une série d'essais de pré optimisation.

Facteur le plus influent sur les échantillons de 10, 20, 40% et le second facteur influent pour les échantillons de 30%, la température d'injection est le paramètre le plus important qui a influencé sur l'énergie de rupture dans l'essai d'Izod. Le niveau de température 180°C est la température qui optimise plus l'énergie de rupture dans les essais d'Izod. La température d'injection est dans la plupart des cas le second paramètre important dans les essais de flexion et de traction. Le niveau de température 200°C est la température qui optimise pour les échantillons de 10 et 20% de fibres et le niveau de température 180°C pour les échantillons de 30 et 40%. Il a été conclu que l'augmentation de la température de 180°C à 200°C affecte négativement les échantillons qui ont un taux de fibre très élevé et que, procéder avec une température un peu élevée voire la température du traitement de la résine vierge peut être bénéfique pour les échantillons à faible taux de fibre. Lorsque le taux de fibre augmente, il est préférable de diminuer la température.

La pression d'injection est le paramètre qui influence le moins parmi les 3 paramètres étudiés sur les énergies de rupture dans les essais d'Izod, de flexion et de traction. Le niveau de pression 13500 Psi optimise l'énergie de rupture des échantillons de 30 et 40% de fibres et le niveau de pression 15000 Psi optimise l'énergie de rupture des échantillons de 10 et 20% de fibres.

Le temps de refroidissement est le paramètre le plus important pour optimiser les propriétés mécaniques pour les essais de flexion et de traction et le niveau 15s est le niveau qui optimise le module de Young, la contrainte maximale ainsi que l'allongement à la rupture.

Il est le second paramètre important pour maximiser l'énergie de rupture dans les essais Izod. Le niveau temps de refroidissement 15s est le niveau qui optimise l'énergie de rupture. Le temps de refroidissement a beaucoup influencé sur le processus de fabrication de l'ensemble des éprouvettes parce que les composites de cette étude ont des taux de cristallinité très élevés.

Outre les tests de flexion, traction et Izod, les tests d'impact de puits de chute et de dureté ont été réalisés sur les échantillons des composites à fibre de bouleau. Il est constaté avec des tests d'impact de puits de chute que l'énergie absorbée par l'ensemble du spécimen n'est pas trop élevée et que dans tous les cas un rebond se produit. Il n'y a ni saturation, ni

perforation. On constate également qu'il n'y a presque pas d'endommagement sur le polyéthylène vierge mais que tous les échantillons des composites sont fracturés. Les résultats des tests de dureté montrent que l'ajout de 10%, 20%, 30% et 40% de fibres au HDPE pur a augmenté la dureté de 50,6 (shore D) pour le pur à 73,6 (shore D) pour le 40% des fibres. La valeur de dureté la plus élevée de 74,6, atteinte avec une charge de fibres de 30%, soit une augmentation de 48,62%.

L'autre objectif principal de cette thèse est l'exploration et la mise en œuvre d'éprouvettes d'essai de traction fiables de composites de fibres naturelles avec le HDPE par impression 3D. Dans la revue de littérature, il est généralement connu d'une part que les matériaux pour FDM ou en général ME-AM (Extrusion de matériaux- Fabrication additive) étaient principalement limités au poly (acide lactique) (PLA) et à l'acrylonitrile butadiène styrène (ABS), en raison de leur facilité de mise en œuvre à la fois en termes d'extrusion de filaments et de ME-AM. D'autre part, les polymères avec un haut degré de cristallinité (> 40%), tels que les plastiques semi-cristallins de base, à savoir le polyéthylène basse densité (LDPE), le LDPE linéaire, le polyéthylène haute densité (HDPE), le Polypropylène etc. et certains types de polyamide sont particulièrement difficiles à traiter au moyen de ME-AM ; et bien que ces matériaux possèdent des propriétés exceptionnelles et uniques, leur application dans ME-AM n'a pas encore été approfondie et étudiée dans la littérature. Enfin, le HDPE en particulier ne satisfait pas les exigences pour une fabrication sans défaut qui sont l'adhérence entre les brins de polymère extrudé, l'enchevêtrement du polymère déposé, et l'adhésion au lit d'impression, mais sans altérer le détachement. C'est assez problématique pour le HDPE qui n'adhère à rien et ne colle qu'au HDPE chaud. De plus, le problème de retrait et de déformation volumique des polymères lors de la solidification et notamment lors de la cristallisation des polymères représente un autre défi à surmonter pour le HDPE. En dépit de toutes ces constatations dans la littérature, les essais expérimentaux pour obtenir les échantillons de traction et l'impression des objets usuels ont été d'un grand succès. On peut ainsi dire que c'est pour la première fois, qu'il est possible d'imprimer un composite à fibres de bois avec le HDPE comme matrice par FDM sans rencontrer les problèmes de déformation massive et de formation de vide. En effet, les problèmes de retrait, de déformation et d'adhérence bien connus des FDM des polyoléfines

en occurrence le HDPE ont été surmontés en mélangeant les fibres courtes de bois entre 10 et 30% en proportion massique avec le HDPE et en présence d'un agent de couplage en proportion de 3%. Les granules obtenus ont servi à imprimer des cubes pour mesurer la déformation et des éprouvettes de traction issues de ces cubes ont servi à obtenir les propriétés mécaniques de ces composites. A partir de cette étude, on a pu observer que la déformation du cube devient de plus en plus réduite lorsque le taux de fibre augmente dans le composite. Pour le HDPE+10wt% FB, on note encore une certaine déformation du cube, mais réduite par rapport au HDPE vierge. Le HDPE+20wt% FB et le HDPE+30wt% FB affiche respectivement une déformation de 1,8mm et 1,3mm soit une diminution de déformation de 73,53% et 80,88% par rapport au HDPE vierge. Cette diminution drastique de la déformation ne peut pas être attribuée à une diminution de degrés de cristallinité des composites puisque les degrés de cristallinité du HDPE et des composites mesurés par la DSC sont presque égaux. On note pour les composites de 10%, 20%, 30% respectivement une augmentation du module de Young de 26,9%, 31,11%, et 34,8% par rapport au HDPE vierge. À cause de l'anisotropie, les valeurs du module de Young, de la contrainte maximale et de l'allongement à la rupture pour les échantillons de 0° sont meilleurs que celles des échantillons de 90°.

On peut aisément affirmer en conclusion que la variation des paramètres d'injection tels que la pression d'injection, la température d'injection et le temps de refroidissement lors de la fabrication des échantillons a grandement affecté leurs propriétés mécaniques telles le module de Young, la contrainte maximale, l'allongement à la rupture, l'énergie de rupture et la dureté. On peut aussi affirmer qu'il est enfin possible d'imprimer un composite à fibres de bois avec le HDPE comme matrice par FDM sans rencontrer les problèmes de déformation massive et de formation de vide.

## **Abstract**

This Thesis, whose topic is "Study of injection parameters for the manufacture of gears in composites and nano-composites of natural fibers and the improvement of the mechanical and rheological performances of the material for 3D printing" is a continuation of series of research on wood fiber composites based on polyolefins as a matrix started almost a decade ago by researchers Démagna Koffi, Lotfi Toubal, Kokta at UQTR. They successively succeeded with help of several doctoral and master's theses in synthesizing wood fiber composites, studying their mechanical, thermomechanical, rheological and above all tribological behaviors without forgetting aspects such as damage and recyclability. In addition, their work made it possible to obtain mechanical parts such as gears made of wood fiber composites with limited laboratory equipment. Following the encouraging results obtained in the laboratories, the objective of manufacturing parts as it should be in the industry requires the use of injection molding. It is becoming more and more evident with the literature review that, using mold or injection temperature for virgin thermoplastics and in particular PE during the injection of wood fiber composites can lead to parts with poor properties. The effects of pressure or temperature on plastic and wood are different. Also, wood fiber content increase may require, for example, an increase or decrease of pressure or injection temperature. Thus, one of the objectives of this thesis is the study of the injection parameters on the manufacture of test specimens (bending, tensile, Izod,) made of wood fiber composites (birch fibers) with HDPE. Three injection parameters which are injection temperature, injection pressure and cooling time were studied according to the experimental design L4 by Taguchi (3 factors at 2 levels each). The temperature levels 180 ° C and 200 ° C, pressure 13500 Psi and 15000 Psi and cooling time 15s and 45s were chosen after a literature review on injection parameters and series of pre-optimization. Most influential factor on 10, 20, 40% samples and the second influencing factor on 30% samples, the injection temperature is the most important parameter which influenced the impact strength in the Izod test. The temperature level 180 ° C is the temperature which contributes more to the optimization of impact strength in the

Izod tests. The injection temperature is in most cases the second important parameter in bending and tensile tests. The temperature level 200 ° C is the temperature which optimizes for samples of 10 and 20% of fiber and the temperature level 180°C for samples of 30 and 40%. It was concluded that increasing the temperature from 180 ° C to 200 ° C negatively affects the samples which have a very high fiber content and that proceeding with a slightly high temperature or even the processing temperature of the virgin resin can be beneficial for low fiber samples. When the fiber content increases, it is preferable to decrease the temperature. The injection pressure is the parameter which influences least among the 3 parameters studied for the impact strength in the Izod, bending and tensile tests. The pressure level 13500 Psi optimizes the impact strength of 30 and 40% sample and the pressure level 15000 Psi optimizes the impact strength of 10 and 20% sample. Cooling time is the most important parameter to optimize mechanical properties for the bending and tensile tests and the level 15s is the level which optimizes the Young's modulus, maximum stress as well as the elongation at break. Cooling time is the second important parameter for maximizing impact strength in Izod tests. Cooling time level 15s is the level which optimizes the energy at break. Cooling time greatly influenced the manufacturing process for all the specimens because the composites in this study have a very high crystallinity rate.

In addition to bending, tensile and Izod tests, drop-weight impact test and hardness tests were performed on samples of birch fiber composites. It is found with drop-weight impact test that the energy absorbed by the entire specimen is not too high and in all, a rebound occurs. There is neither saturation nor perforation. It is also noted that there is no damage on the virgin polyethylene but that all the composite samples are fractured. The hardness test results show that the addition of 10%, 20%, 30% and 40% of fibers to virgin HDPE increased the hardness from 50.6 (shore D) for virgin HDPE to 73.6 (shore D) for 40% fiber composite. The highest hardness value of 74.6 is reached with a fiber load of 30%, an increase of 48.62%.

The other main objective of this thesis is the exploration and implementation of reliable tensile test specimens of natural fiber composites with HDPE by 3D printing. It is generally known in the literature review on the one hand that the materials for FDM

or in general ME-AM ( Materials Extrusion - Additive manufacturing) were mainly limited to poly (lactic acid) (PLA) and acrylonitrile butadiene styrene (ABS), due to their ease of implementation both in terms of extrusion of filaments and ME-AM. On the other hand, polymers with a high degree of crystallinity ( $> 40\%$ ), such as basic semi-crystalline plastics, namely low-density polyethylene (LDPE), linear LDPE, high density polyethylene (HDPE), Polypropylene etc. and certain types of polyamide are particularly difficult to treat with ME-AM; and although these materials have exceptional and unique properties, their application in ME-AM has not yet been deepened and studied in the literature. Finally, HDPE does not meet the requirements for faultless manufacture which are the adhesion between the strands of extruded polymer, the entanglement of the deposited polymer, and the adhesion to the printing bed, but without altering the detachment. This is quite problematic for HDPE which does not adhere to anything and only sticks to hot HDPE. In addition, the problem of shrinkage and volume deformation of the polymers during solidification and during the crystallization of the polymers represents another challenge to be overcome for the HDPE. Despite of all these findings in the literature, experimental tests to obtain tensile samples and items have been very successful. It can be said that it is for the first time that it is possible to print a wood fiber composite with HDPE as a matrix by FDM without encountering the problems of massive deformation and formation of voids. In fact, the well-known shrinkage, deformation and adhesion problems of the FDMs of polyolefins, in this case HDPE, were overcome by mixing short wood fibers between 10 and 30% in mass proportion with HDPE and in the presence of a coupling agent in proportion of 3%. The granules obtained were used to print cubes to measure the deformation and tensile specimens, resulting from these cubes were used to obtain the mechanical properties of these composites. From this study, it has been observed that the deformation of the cube becomes more and more reduced when the fiber content increases in the composite. For HDPE + 10wt% FB, it still notes a certain deformation of the cube, but reduced compared to virgin HDPE. HDPE + 20wt% FB and HDPE + 30wt% FB respectively display a deformation of 1.8mm and 1.3mm, i.e. a reduction in deformation of 73.53% and 80.88% compared to virgin HDPE. This drastic reduction cannot be attributed to a decrease of the degrees of crystallinity of the composites since the degrees of crystallinity of HDPE and composites measured by the DSC are almost



equal. It is noted for composites 10%, 20%, 30% respectively an increase in Young's modulus of 26.9%, 31.11%, and 34.8% compared to virgin HDPE. Because of the anisotropy, the values of Young's modulus, maximum stress and elongation at break for the 0 ° samples are better than those for the 90 ° samples.

It can easily be stated in conclusion that variations in injection parameters such as injection pressure, injection temperature and cooling time during sample fabrication greatly affected their mechanical properties such as Young's modulus, maximum stress, elongation at break, energy at break and hardness. It can be also said that it is finally possible to print a wood fiber composite with HDPE as matrix by FDM without encountering problems of massive deformation and voids formation.

## **Table des matières**

<b>Dédicace</b>	<b>IV</b>
<b>Remerciements</b>	<b>V</b>
<b>Résumé</b>	<b>XIII</b>
<b>Abstract</b>	<b>XI</b>
<b>Table des matières</b>	<b>XVII</b>
<b>Liste des figures</b>	<b>XXII</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>XXV</b>
<b>Liste des abréviations</b>	<b>XXVII</b>
 <b>CHAPITRE I - INTRODUCTION</b>	 <b>1</b>
<b>I.1. Contexte général de la thèse</b>	<b>2</b>
<b>I.2. Problématique</b>	<b>3</b>
<b>I.3. Objectifs visés</b>	<b>8</b>
<b>I.4. Contenu de la thèse</b>	<b>9</b>
 <b>Chapitre II - CADRE THÉORIQUE ET RECENSION DES ÉCRITS</b>	 <b>11</b>
<b>II.1. Injection</b>	<b>13</b>
<b>II.1.1. Paramètres d'injection et réglage général</b>	<b>13</b>
<b>II.1.1.1. Pression</b>	<b>14</b>
<b>II.1.1.2. Chaleur</b>	<b>15</b>
<b>II.1.1.3. Rotation de la vis et vitesse d'injection</b>	<b>17</b>

II.1.2. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés des composites PE	17
II.1.2.1. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques	17
II.1.2.2. Effet des paramètres d'injection sur des propriétés mécaniques via densité (morphologie)	19
II.1.2.3. Effet des paramètres d'injection sur l'absorption d'eau des PE-Composites	22
II.1.2.4. Effet des paramètres d'injection sur la résistance de liaison	23
II.1.2.5. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés tribologiques des PE-composites	25
II.2. Impression 3D	32
II.2.1. Généralités	32
II.2.2. Impact économique	37
II.2.3. Défis dans le développement de procédés et de matériaux pour impression 3D et fabrication additive sur mesure	40
II.2.3.1. Vitesse de fabrication	40
II.2.3.2. Propriétés mécaniques	41
II.2.3.3. Résolution	41
II.2.3.4. Pièces Multi matériaux	42
II.2.3.5. Biocompatibilité et autres préoccupations pour applications médicales	43
II.2.4. Extrusion de matériaux 3D	44
II.2.4.1. Généralités sur l'extrusion de matériaux 3D	44
II.2.4.2. Dépôt de fil fondu (Fused Deposition Modeling, FDM)	47
II.2.4.3. Exigences relatives au matériau du filament	48

II.2.4.4. Matériaux utilisés dans ME-AM	49
II.2.4.5. Distribution 3D ou 3D Dispensing (3D Plotting, micro-extrusion 3D et dépôt de fibres 3D	52
II.2.4.5.1. Processus	52
II.2.4.5.2. Matériaux et systèmes	54
II.2.5. Impression 4D	56
II.2.6. Impression 3D et les Polyoléfines (Polyéthylène et polypropylène)	58
II.2.6.1. Impression 3D et le polypropylène (PP)	58
II.2.6.1.1. Propriétés uniques de pp pour ME-AM	59
II.2.6.1.2. Impression 3D DE PP vierge PAR ME-AM	60
II.2.6.1.3. Le grand défi du retrait et de déformation pour le pp imprimé en 3D	61
II.2.6.1.4. Optimisation du processus induisant la déformation pour le PP	62
II.2.6.1.5. Charges empêchant la déformation pour le PP imprimé en 3D	64
II.2.6.2. Impression 3D et le polyéthylène (en particulier HDPE)	68
II.2.7. Impression 3D et les bio composites de fibres de bois	73
II.3. Synthèse de la revue de littérature et originalité de la thèse	78
 Chapitre III - MÉTHODOLOGIE	 83
III.1. Moulage par injection	84
III.1.1. Fabrication des granules et des échantillons	84
III.1.2. Pré-optimisation des paramètres d'injection	88
III.1.3. Méthode Taguchi	90
III.1.4. Les tests mécaniques effectués	92
III.1.4.1. Les essais de traction et de flexion	92

III.1.4.2. Essai d'impact Izod	94
III.1.4.3. Essai d'impact de puits de chute	95
III.1.4.4. Essai de dureté	95
III.2. Le processus d'impression 3D	96
III.2.1. Traitement de tige à l'échelle du laboratoire	98
III.2.2. Imprimante FDM et conception géométrique	99
III.2.3. Pré-optimisation du traitement HDPE FDM	100
III.2.4. Mesure de déformation	101
III.2.5. Essais de traction	101
III.2.6. Analyse thermique	103
III.2.7. Microscopie	104
<b>Chapitre IV - RESULTATS, ANALYSES ET DISCUSSION</b>	<b>106</b>
IV.1. Résultats du moulage par injection	107
IV.1.1. Résultats de la pré optimisation	107
IV.1.1.1. Variation des paramètres	107
IV.1.1.2. Test d'impact	110
IV.1.1.3. Essai de dureté	112
IV.1.2. Analyses et interprétations des résultats du plan L4 de Taguchi	113
IV.1.2.1. Flexion	113
IV.1.2.1.1. Échantillons de flexion 40%	113
IV.1.2.2. Discussion des résultats de l'analyse Taguchi	122
IV.1.3. Essais d'impact de puits de chute	129
IV.1.4. Essai de dureté	136
IV.2. Impression 3D et caractérisation	138

IV.2.1. Impression 3D du HDPE vierge	138
IV.2.2. Impression 3D des composites de HDPE et de fibre de bouleau	143
(HDPE+10wt%FB, HDPE+20wt%FB, HDPE+30wt%FB,)	
IV.2.3. Propriétés mécaniques	149
IV.2.4. Impression 3D d'objet usuel	154
<b>CHAPITRE V - CONCLUSION ET PERSPECTIVES</b>	<b>156</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE</b>	<b>164</b>
<b>ANNEXES</b>	<b>192</b>
Annexes A, résultats expérimentaux : Rapport signal/bruit, d'analyse de variance et le graphique des effets principaux pour le rapport S/B pour les échantillons de flexion	193
A.1. Échantillons de flexion 30%	193
A.2. Échantillons de flexion 20%	197
A.3. Échantillons de flexion 10%	201
Annexes B, résultats expérimentaux : Rapport signal/bruit, d'analyse de variance et le graphique des effets principaux pour le rapport S/B pour les échantillons de traction	205
B.1. Échantillons de traction 30%	205
B.2. Échantillons de traction 20%	209
B.3. Échantillons de traction 10%	213
Annexes C, résultats expérimentaux : Rapport signal/bruit, d'analyse de variance et le graphique des effets principaux pour le rapport S/B pour les échantillons d'Izod	217
C.1. Échantillons d'Izod 40%	217
C.2. Échantillons d'Izod 30%	219
C.3. Échantillons d'Izod 20%	221
C.4. Échantillons d'Izod 10%	223

## Liste des figures

Figure I-1. Pyramide de matériaux polymères en fonction de la disponibilité des matériaux sur le marché ME-AM [52] .....	7
Figure II-1. Echantillons moulés à des pressions (a) inférieurs à 30 kg / cm <sup>2</sup> , (b) supérieurs à 40 kg / cm <sup>2</sup> et (c) à 30, 35 et 40 kg / cm <sup>2</sup> [82]. .....	22
Figure II-2. Principes de base de la fabrication additive. ....	33
Figure II-3. Comparaison entre les techniques de fabrication (a) soustractives, (b) additives et (c) formatives .....	35
Figure II-4. Revenus mondiaux des produits et services AM entre 1995 et 2016.....	39
Figure II-5. Revenus mondiaux des ventes de matériel AM entre 2000 et 2016.....	40
Figure II-6. FDM, Fused Deposition Modeling inventé par Scott Crump at Stratasys....	46
Figure II-7. Allongement à la rupture en fonction du module de Young pour les matériaux ME-AM disponibles dans le commerce.....	52
Figure II-8. 3D micro-extrusion Alias 3D Distribution 3D Plotting.....	56
Figure II-9. Transformation induite par l'eau d'un brin linéaire imprimé en 4D de deux polymères différents, qui s'assemblent automatiquement en un cube. ....	58
Figure II-10. Volume spécifique normalisé au volume spécifique à 40° C en fonction de la température et à une pression constante obtenue par un SWO.....	63
Figure II-11. Évolution de la température d'un brin de contour de la troisième couche d'impression du premier spécimen de Charpy pour le PP pur et le composite rempli de CF PP / CF10.....	67
Figure III-1. Rouleaux Brabender (a) et le granulateur (b) (c) granule.....	86
Figure III-2. Machine de 100 tonnes de, ZE 900 de ZHAFIR Plastics Machinery.....	87
Figures III-3. Échantillons de traction, flexion, d'Izod, d'impact et des disques de tribologie.....	87
Fig. III-4. Comparaison des échelles de dureté.....	89
Fig.III-5. a- Banc d'essai d'impact b- Duromètre à échelle D ASTMD 2240.....	89
Figure III- 6. Dispositif des essais de (a) traction (b) flexion.....	94
Figure III-7. Dispositif des essais de Charpy.....	95
Figure III-8. Shore D duromètre .....	96
Figure III-9. Processus de fabrication de la tige (filament) .....	99
Figure III-10. Définition de la déformation de la chaîne observée à partir de la vue de dessus d'un tube carré imprimé de tige raco PP 2.....	101

Figure III-11. Éprouvettes (dimensions nominales des éprouvettes de traction selon la norme DIN 53504-S3.....	103
Figure III-12. Illustration de la préparation de l'échantillon pour les investigations microscopiques en lumière polarisée croisée.....	104
Figure IV-1. Capuchon à 10% de fibres de bois.....	108
Figure IV-2. Capuchon à 20% de fibres de bois HDPE.....	109
Figure IV-3. Capuchon à 30% de fibres de bois.....	109
Figure IV-4. Capuchon à 40% de fibres de bois.....	110
Figure IV-5. Résultats du test d'impact.....	111
Figure IV-6 Capuchons cassés a- Nylon, b composite fibre de bois.....	112
Figure IV-7. Courbe de tests de dureté Shore D.....	112
Figure IV-8. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B.....	119
Figure IV-9. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B.....	120
Figure IV-10. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B.....	121
Figure IV-11. courbe Force/temps : a-0%, b-10%, c-20%, d-30%, e-40%.....	131
Figure IV-12. Échantillons après essais d'impact.....	132
Figure IV-13. courbe Force/Déplacement .....	133
Figure IV-14. diagramme de la Force maximale.....	134
Figure IV-15. Bilan d'énergie pendant l'essai d' impact .....	135
Figure IV-16. Diagramme d'Energie/temps .....	135
Figure IV-17. Diagramme de dureté.....	137
Figure IV-18. Dépôt des premières couches de HDPE sur le lit d'impression.....	139
Figure IV-19. Cubes HDPE imprimés en 3D montrant les vides, les fissures et les déformations des cotés .....	141
Figure IV-20. Degré de cristallinité du HDPE et de ses composites de fibres de bois avec l'expérience DSC.....	142



Figure IV-21. Images de tubes carrés imprimés FDM.....	143
Figure IV-22. a- Dépôt des premières couches d'impression 3D du composite à 20% - b le cube complet du composite à 20%.....	144
Figure IV-23. a, b, c, d HDPE et composites de fibres de bouleau à 10%, 20% 30%...	145
Figure IV-24. Analyse quantitative des cubes confirmant la réduction de la déformation lorsque le pourcentage de fibre augmente.....	146
Figure IV-25. Étude microscopique du HDPE, des fibres de bouleau et du WPCS.....	148
Figure IV-26. Essais de traction pour échantillons à 0 °.....	150
Figure IV-27. Essais de traction pour échantillons à 90 °.....	151
Figure IV-29. Échantillons testés des composites.....	153
Figure IV-29. logos respectifs de l'Université de Bayreuth (Allemagne) et de l'Université du Québec à Trois-Rivières (Canada) .....	155

## Liste des Tableaux

Tableau II-1: Température d'injection et du moule pour des matériaux spécifiques .....	15
Tableau II-2: Effets des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques des composites de polyéthylène.....	27
Tableau II-3 : Effets des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques via la densité (morphologie) des composites de polyéthylène.....	28
Tableau II-4 : Effets des paramètres d'injection sur l'absorption d'eau, la force des liaisons et les propriétés tribologiques des composites de polyéthylène.....	30
Tableau II-5 : Classification des Techniques AM pour les polymères, avec avantages et inconvénients .....	37
Tableau III- 1 : Résultats de FQA (fiber quality analyzer) .....	84
Tableau III-2 : Propriétés physiques des fibres de bouleau.....	85
Tableau III-3 : Tableau des variables dépendantes .....	91
Tableau III-4 : Tableau récapitulatif des facteurs et des niveaux.....	91
Tableau III-5 : La table orthogonale L <sub>4</sub> de Taguchi.....	92
Tableau III-6 : Variables de traitement les plus importantes.....	100
Tableau IV-1: Paramètres d'injection des capuchons en fibres de bois de 10%.....	107
Tableau IV-2: Paramètres d'injection des capuchons en fibres de bois de 20%.....	108
Tableau IV- 3: Paramètres d'injection des capuchons en fibres de bois de 30%.....	109
Tableau IV-4: Paramètres d'injection des capuchons en fibres de bois de 40%.....	110
Tableau IV-5 : Résultats des échantillons de flexion 40%.....	114
Tableau IV-6 : Possibles rapports signal/bruit .....	115

Tableau IV-7 : Réponses pour les rapports signal/bruit.....	118
Tableau IV-8 : Analyse de la variance.....	118
Tableau IV-9 : Réponses pour les rapports signal/bruit.....	119
Tableau IV-10 : Analyse de la variance.....	120
Tableau IV-11 : Réponses pour les rapports signal/bruit.....	121
Tableau IV-12 : Analyse de la variance.....	122
Tableau IV-13 : Tableau récapitulatif des résultats de l'analyse Taguchi.....	123
Tableau IV-14: Énergie maximale, énergie absorbée, valeur du degré d'endommagement.....	136
Tableau IV-15 : Résultats des essais de traction pour des échantillons à 0 °.....	151
Tableau IV-16 : Résultats des essais de traction pour des échantillons à 90 °.....	152

## Liste des Abréviations

<b>AM</b>	<b>FABRICATION ADDITIVE (ADDITIVE MANUFACTURING),</b>
<b>ABS</b>	<b>ACRYLONITRILE BUTADIENE STYRENE</b>
<b>ASA</b>	<b>ACRYLATE STYRENE ACRYLONITRILE</b>
<b>ASA + PC</b>	<b>ASA/PC BLEND</b>
<b>CFN</b>	<b>COMPOSITES A FIBRES NATURELLES</b>
<b>CAO</b>	<b>CONCEPTION ASSISTÉE PAR ORDINATEUR</b>
<b>CLIP</b>	<b>CONTINUOUS LIQUID INTERFACE PRODUCTION</b>
<b>DLP</b>	<b>DIGITAL LIGHT PROCESSING</b>
<b>FAO</b>	<b>FABRICATION ASSISTÉE PAR ORDINATEUR</b>
<b>FDM</b>	<b>FUSED DEPOSITION MODELING</b>
<b>HDPE</b>	<b>HIGH DENSITY POLYETHYLENE</b>
<b>LDPE</b>	<b>LOW-DENSITY POLYETHYLENE</b>
<b>LLDPE</b>	<b>LINEAR LOW-DENSITY POLYETHYLENE</b>
<b>LOM</b>	<b>SHEET LAMINATION AND LAMINATED OBJECT MANUFACTURING</b>
<b>ME-AM</b>	<b>EXTRUSION DE MATERIAUX- FABRICATION ADDITIVE</b>

<b>MDPE</b>	<b>MEDIUM-DENSITY POLYETHYLENE</b>
<b>MMAM</b>	<b>MULTI MATERIAUX AM</b>
<b>MWNT</b>	<b>NANOTUBES DE CARBONE MULTI-PAROI</b>
<b>PA 66</b>	<b>NYLON 6.6</b>
<b>PA 6</b>	<b>NYLON 6</b>
<b>PE</b>	<b>POLYETHYLENE</b>
<b>PBTP</b>	<b>POLYBUTYLENE TEREPHTHALATE</b>
<b>PES</b>	<b>POLYETHER SULPHONE</b>
<b>POM COPOLYMER</b>	<b>POLYACETAL</b>
<b>PSU</b>	<b>POLYSULPHONE</b>
<b>PC</b>	<b>POLYCARBONATE</b>
<b>PCU</b>	<b>POLYCARBONATE-URÉTHANE</b>
<b>PVC</b>	<b>POLYVINYL CHLORIDE (RIGID)</b>
<b>PLA</b>	<b>POLY (ACIDE LACTIQUE)</b>
<b>PTFE</b>	<b>POLYTETRAFLUOROETHYLENE</b>
<b>PS</b>	<b>POLYSTYRENE</b>
<b>PMMA</b>	<b>POLY METHYL METHACRYLATE</b>
<b>PP</b>	<b>POLYPROPYLENE</b>
<b>RP</b>	<b>PROTOTYPAGE RAPIDE</b>

<b>SAN</b>	<b>STYRENE ACRYLONITRILE</b>
<b>SFF</b>	<b>TECHNOLOGIE DE FORME LIBRE</b>
<b>SLA</b>	<b>STEREOLITHOGRAPHY</b>
<b>SLS</b>	<b>SELECTIVE LASER SINTERING</b>
<b>UHMWPE</b>	<b>Ultra High Molecular Weight Polyethylene</b>
<b>VLDPE</b>	<b>VERY LOW-DENSITY POLYETHYLENE</b>

## **CHAPITRE I - INTRODUCTION**

## **I.1. Contexte général de la thèse**

Les composites à fibres naturelles (CFN) constituent un groupe relativement nouveau d'éco-matériaux. Après des décennies de développement de haute technologie de fibres synthétiques ou artificielles telles que le carbone, l'aramide et le verre, il est remarquable de constater de nos jours que les fibres naturelles comme le lin, le jute, le chanvre, le sisal, le kenaf etc. ont suscité un énorme intérêt, en particulier comme un substitut de fibre de verre dans l'industrie automobile. Les différents avantages des fibres naturelles sur le verre et les fibres synthétiques ou artificielles sont leurs propriétés mécaniques spécifiques, le faible coût, la faible densité, non abrasives aux équipements et sans irritation de la peau, la réduction de la consommation d'énergie, le moindre risque pour la santé, le renouvellement, la recyclabilité et la biodégradabilité [1-7].

Plusieurs fibres végétales ont été étudiées pour renforcer les polymères, comme par exemple le lin, le chanvre, le palmier, le jute, le bananier, le bambou, le coton, le bois, le kénaf, le sisal, l'ananas, le coco, etc. Des chercheurs à l'Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR) Kokta Bohuslav-Vacla, Démagna Koffi, Lotfi Toubal, Alencar Bravo, Favçal Mijivawa ont étudié et travaillé avec les fibres de bois de deux espèces de feuillus très présents au Québec qui sont les fibres de bouleau et de tremble.

Le BOULEAU JAUNE (*Betula papyrifera*) est un feuillu à croissance lente qui atteint une taille moyenne supérieure à 20 m. Son écorce à lenticelles visibles (longue signalisation horizontale) est jaunâtre ou bronze au cours des premières étapes de sa vie, et prend des teintes rouge foncé à mesure qu'elle mûrit. Le bouleau jaune est l'une des espèces les plus répandues en Amérique du Nord et particulièrement au Québec [8].

Le polyéthylène (PE) est l'un des thermoplastiques les plus utilisés dans le monde en raison de ses bonnes propriétés telles que la ténacité, l'absorption d'humidité proche de zéro, une excellente inertie chimique, un faible coefficient de frottement, la facilité de traitement. PE est utilisé dans de nombreuses applications telles que des tuyaux, des conteneurs et d'autres produits et est également utilisé comme matériau isolant électrique pour les applications de fils et de câbles en raison de sa haute rigidité diélectrique et de sa très faible conductivité électrique [9, 10]. Les propriétés mécaniques et physiques du PE dépendent de manière



significative de variables telles le type de ramification, la structure cristalline et le poids moléculaire. L'architecture macromoléculaire et la cristallinité sont probablement les facteurs les plus importants contrôlant les propriétés rhéologiques du polymère à l'état fondu, et ont une influence sur le procédé de mise en forme et les propriétés mécaniques du produit final [11, 12].

Les nouveaux composites qui incluent le PE comme matrice sont largement utilisés dans de nombreuses applications avec de meilleures propriétés mécaniques et physiques par rapport au polymère seul. Les composites de PE sont utilisés dans les emballages, le stockage électrique, l'énergie thermique, les applications automobiles, les applications biomédicales et spatiales [13-16]. S'il existe de nombreuses publications concernant les composites PP/fibres naturelles, celles concernant les composites PP/fibres de bouleau, PP/fibres de tremble. PE/fibres de bouleau et PE/fibres de tremble sont très peu nombreuses [17-20].

Ces chercheurs précités de l'UQTR ont réussi successivement à l'aide de plusieurs thèses de doctorat, de maîtrise à synthétiser d'une façon efficace les composites à fibres de bois (essentiellement les fibres de bouleau), étudier leurs comportements mécaniques, thermomécaniques, rhéologiques et surtout tribologiques sans oublier les aspects comme l'endommagement et la recyclabilité. De plus, les travaux ont permis d'obtenir les pièces mécaniques comme des roues dentées en composites de fibres de bois avec des équipements limités de laboratoire.

## **I.2. Problématique**

Les avantages des CFN sont multiples, mais ils ont aussi des inconvénients majeurs tels que l'incompatibilité entre les fibres naturelles hydrophiles et les matrices thermoplastiques hydrophobes. Cet inconvénient conduit à des propriétés indésirables des composites. Il est donc nécessaire de modifier la surface de la fibre en utilisant des modifications chimiques pour améliorer l'adhérence entre la fibre et la matrice. Il existe de nombreux facteurs qui peuvent influencer les performances des composites renforcés de fibres naturelles. Outre la nature hydrophile de la fibre, les propriétés des composites renforcés de fibres naturelles peuvent également être influencées par le contenu en fibres. En général, une teneur élevée en fibres est nécessaire pour obtenir une haute performance des composites [21-26]. Les

composites de polyéthylène renforcés de fibres naturelles sont traités par de nombreuses techniques telles que l'extrusion, le moulage par injection, le moulage par compression et le moulage par rotation [9]. Les propriétés mécaniques, par exemple, des composites à base de polymère de fibres naturelles dépendent de plusieurs facteurs tels que le contenu et l'orientation de la fibre, la longueur de la fibre, l'adhésion interface fibre-matrice, la technique de traitement et les paramètres de traitement [27-33]. La température a une influence profonde sur la formation de tout matériau. Toute modification de la microstructure a un impact direct sur les propriétés des matériaux, telles que la résistance à la traction et le module. Cependant, seul un nombre limité d'études ont été menées dans le passé pour étudier l'influence de la température de traitement sur les propriétés mécaniques de divers types de CFN [34-37]. Certaines recherches ont déjà montré l'influence de la température sur le module élastique des composites de polyéthylène renforcés avec des fibres de kératine [36]. Bien que les propriétés de traction du faisceau de fibres kénaf ne soient pas significativement affectées tant que le traitement est inférieur à 1 heure. L'augmentation de la pression lors du traitement des composites d'hydroxyapatite de polypropylène à l'aide d'une presse à chaud a montré une augmentation de la densité, de la cristallinité, de la résistance à la traction et du module [38]. La même étude a également indiqué l'influence de la température sur la résistance aux impacts, la résistance à la traction et le module des composites. L'augmentation de la vitesse de la vis a également été démontrée pour améliorer la répartition des fibres dans la matrice, mais en même temps réduit le rapport « aspect de la fibre », conduisant à une performance mécanique plus faible des composites[39]. Une meilleure compréhension de la façon dont le traitement peut affecter les propriétés mécaniques des composites entraînerait un meilleur contrôle de la qualité des matériaux composites résultants, en particulier lorsque des performances mécaniques optimales sont attendues. Par conséquent, des techniques et des paramètres de traitement appropriés doivent être soigneusement sélectionnés afin de produire les meilleures pièces en CFN [33 ].

Le moulage par injection (IM) est l'une des techniques de traitement habituellement utilisées en raison de l'économie, de la grande quantité et de l'opération de finition post-moulage. L'IM se caractérise par des taux de production rapides et est principalement une technique de transformation en série. Il est par exemple utilisé pour produire au moins 50%

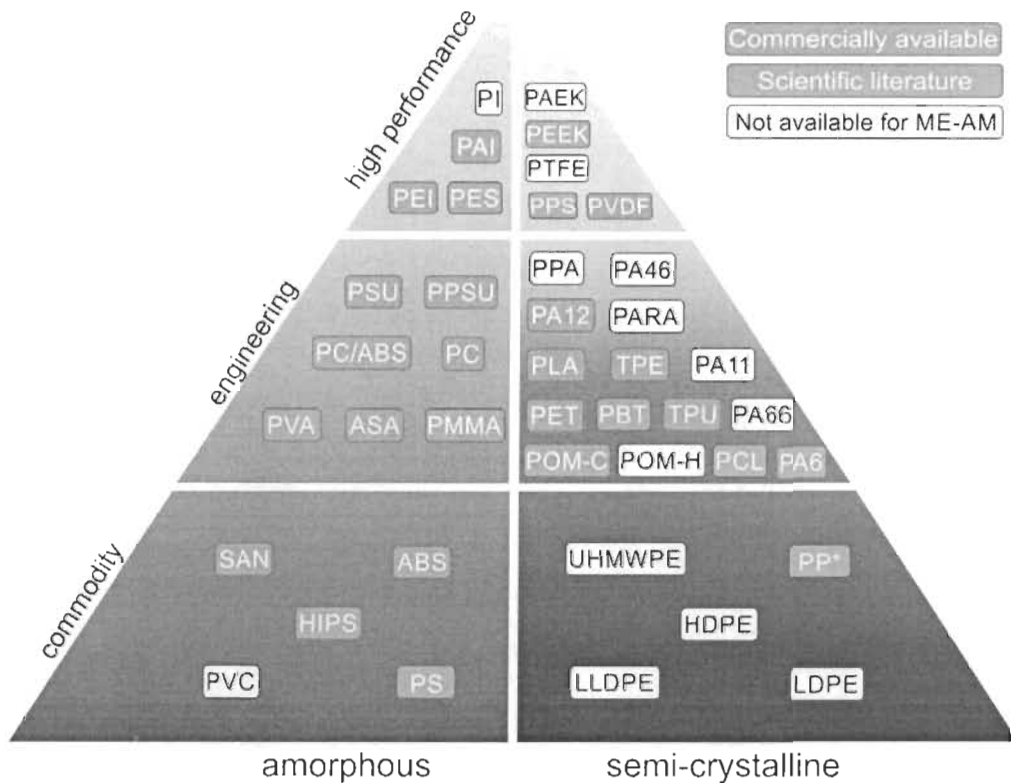
en poids de polymères renforcés de fibres courtes. Il a été démontré que les conditions de fonctionnement du moulage par injection et la quantité de fibres pourraient affecter les propriétés des matériaux composites [40,41]. Cependant, des études sur la façon dont les paramètres de moulage par injection influencent sur les propriétés des composites sont très limitées [42]. De plus, les travaux en cours dans les laboratoires de I2E3 ont permis d'obtenir des roues dentées en composites de fibres naturelles avec des équipements limités de laboratoire. Mais il importe de fabriquer les roues dentées par injection comme cela doit se faire dans l'industrie.

La conception par impression 3D, également appelée fabrication additive (AM), prototypage rapide (RP) ou technologie de forme libre (SFF), a été développée et a trouvé des applications industrielles dans l'industrie automobile et aérospatiale, dans le monde architectural pour l'impression de modèles structuraux et dans l'industrie des biens de consommation pour le développement de prototypes. En raison de la faible résistance thermique des fibres végétales, la plupart des voies de traitement appliquées aux bio composites, y compris l'extrusion, le moulage par injection, l'empilement de films, le moulage sous vide, etc., ont un effet important sur l'intégrité des parois cellulaires [43,44]. Les FDM (Fused Deposition Modeling) sont actuellement les techniques de fabrication additive les plus communément utilisées en raison de la large gamme de matériaux disponibles de (bio) polymère pur à des (bio) composites plus récents [43, 45]. L'influence des paramètres de traitement est actuellement envisagée dans plusieurs études pour promouvoir le développement plus large de la FDM. Cependant, la plupart de ces études sont axées sur les polymères purs. FDM des composites de fibres naturelles est encore rarement décrite dans la littérature. Les seuls résultats disponibles à ce jour sont plus préoccupés par le concept global de l'impression 4D plutôt que par la recherche sur les matériaux. Ainsi, les études sur les FDM des composites de fibres de bois sont quasi rares et surtout celles sur les composites de fibres de bois avec polyéthylène ou polypropylène comme matrice.

Les matériaux pour FDM ou en général ME-AM (Extrusion de matériaux- Fabrication additive), surtout ceux pour les imprimantes 3D à bas prix, étaient principalement limités au poly (acide lactique) (PLA) et à l'acrylonitrile butadiène styrène (ABS) [46], en raison

de leur facilité de mise en œuvre à la fois en termes d'extrusion de filaments et de ME-AM. Jusqu'à présent, ces deux matériaux sont toujours les meilleurs vendeurs du portefeuille de matériaux ME-AM et sont deux des rares matériaux qui peuvent être traités presque sans distorsion. Outre le PLA et l'ABS, le poly (téréphtalate d'éthylène) et le Polycarbonate PC peuvent de nos jours être déjà déclarés comme matériau ME-AM standard[46]. La plupart des autres matériaux, même ceux qui sont disponibles dans le commerce, ne peuvent cependant pas toujours être utilisés sans problème, nécessitant une grande expérience pratique et, par conséquent, ont encore besoin d'améliorations en termes de processabilité des pièces, de stabilité et de précision [47-52].

Il est constaté à la figure I- 1, une figure tirée d'un article de Spoker de l'année 2019, « Materials extrusion-based additive manufacturing of polypropylene : A review on how to improve dimensional inaccuracy and warpage » [53] qu'en particulier une grande proportion des polymères amorphes est largement commercialisée. Le principal facteur de succès en termes de ME-AM est leur faible coefficient de dilatation thermique, ce qui facilite leur processabilité, notamment en termes de rétrécissement, de déformation et distorsion. Cependant, la plupart des filaments amorphes révèlent une faible ténacité, une petite plage de températures de traitement et une résistance chimique très faible [53-54,56].



**Figure I-1. Pyramide de matériaux polymères en fonction de la disponibilité des matériaux sur le marché ME-AM [53]**

À l'inverse, la figure I-1 montre que seule une quantité limitée de thermoplastiques semi-cristallins est disponible à la vente ou est sous enquête scientifique. En particulier les polymères avec un haut degré de cristallinité ( $> 40\%$ ), tels que les plastiques semi-cristallins de base, à savoir le polyéthylène basse densité (LDPE), le LDPE linéaire, le polyéthylène haute densité (HDPE), le polyéthylène de masse molaire très élevé (UHMWPE) et le Polypropylène, les homopolymères de polyoxyméthylène, le polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou certains types de polyamide semblent être particulièrement difficiles à traiter au moyen de ME-AM. Bien que ces matériaux possèdent des propriétés exceptionnelles et uniques [57, 55] leur application dans ME-AM n'a pas encore été approfondie et étudié dans la littérature. Les polymères amorphes peuvent être faciles à traiter, mais leurs propriétés mécaniques sont limitées à une petite ténacité (allongement à la rupture entre 3 et 9%) et une rigidité (module d'Young entre 1900 et 2400 MPa). Les thermoplastiques semi-cristallins, cependant, révèlent une gamme de ténacité et de rigidité beaucoup plus large. Leur module d'Young peut s'étirer entre 800

et 4000 MPa et leur allongement à la rupture entre 2,5 et 1600%, par exemple pour les polyoléfines, [11, 12] surpassant même les élastomères thermoplastiques très souples qui sont actuellement commercialisés pour ME-AM. Si des charges sont introduites dans des polymères semi-cristallins (appelés composites semi-cristallins), leur rigidité peut être considérablement améliorée (par exemple, jusqu'à 15 000 MPa pour le PA rempli de fibres de carbone [CF]), dépassant celle des polymères amorphes, tandis que leur ténacité reste dans une plage comparable à celle des polymères amorphes. Par conséquent, les polymères semi-cristallins, en particulier lorsqu'ils sont remplis possèdent un grand potentiel en termes de propriétés mécaniques pour l'utilisation en tant que filaments dans l'AM à base d'extrusion [53]. Si le prix de la matière première est pris en considération, les composites à base de Polypropylène ou de Polyéthylène en particulier le HDPE révèlent clairement les propriétés les plus prometteuses. Et si l'on ajoute la dimension écologique et environnementale que représentent les fibres de bois, cette classe de matériaux pourrait faire l'objet de futures commercialisations.

### **I.3. Objectifs visés**

Ainsi, cette thèse vise deux objectifs principaux :

- d'une part l'étude et l'influence des paramètres d'injection tels que la pression, la température, etc. sur la fabrication des éprouvettes (flexion, traction, Izod, impact,) en composites de fibres naturelles avec le HDPE. Divers sous-objectifs permettent d'atteindre ce but :

•Le choix des paramètres et de leurs niveaux respectifs nous permettant d'aboutir à un design expérimental approprié.

•Fabrication des éprouvettes selon le plan expérimental désigné.

•Faire les tests mécaniques pour dégager la valeur des variables dépendantes.

•Analyser et interpréter les résultats issus des tests mécaniques.

- d'autre part l'exploration voire la faisabilité et la mise en œuvre d'éprouvettes d'essai de traction fiables de composites de fibres naturelles avec le HDPE par impression 3D. Pour atteindre cet objectif, il faut :

- Explorer la faisabilité tant soit au niveau de la fabrication des filaments ainsi qu'au niveau de l'impression des éprouvettes et des objets à base du HDPE pur et des composites à fibres naturelles.

- Caractériser les éprouvettes en effectuant des tests morphologiques, mécaniques, physico-chimiques et microscopiques pour s'assurer de la fiabilité des éprouvettes.

.

#### **I.4. Contenu de la thèse**

Pour atteindre les objectifs fixés dans cette thèse, un cadre théorique et recensement très dense des écrits relatifs au sujet est présenté. L'objectif de cette revue de littérature dans sa première partie est de montrer comment les paramètres, comme la température de fusion, la température du moule, la vitesse d'injection, la pression de maintien, la pression d'injection et, dans une certaine mesure, la teneur en fibres ont influencé les propriétés mécaniques, morphologiques et tribologiques des composites de polyéthylène ainsi que l'absorption d'eau, résistance de liaison et conductivité électrique. On cite d'abord les paramètres d'injection et leur réglage dans sa généralité, puis il est discuté de leur effet sur les composites de polyéthylène.

Dans l'autre partie de la revue de littérature, on explore l'impression 3D par une revue du procédé ME-AM, procédé utilisé dans cette thèse et par la suite les matériaux qui sont généralement utilisés et leurs limites.

Il est après décrit la méthodologie qui a servi à faire et valider les essais expérimentaux premièrement pour la synthèse des composites à fibre de bois, ensuite le moulage par injection et enfin l'impression 3D.

Les résultats, leurs analyses et leurs discussions sont ensuite présentés dans un chapitre et les conclusions et perspectives qui en découlent dans un autre.



## **CHAPITRE II - CADRE THÉORIQUE ET RECENSION DES ÉCRITS**

Les composites à fibres naturelles (CFN) constituent un groupe relativement nouveau d'éco-matériaux. La demande mondiale de composites plastiques renforcés de fibres de bois devrait augmenter de 144% au cours de la période 2016-2024, passant de 4,46 milliards de dollars à 10,89 milliards de dollars . Bien que de nombreuses entreprises (par exemple la construction, les équipements sportifs, les pièces automobiles) utilisent des matériaux composites en fibres naturelles, leur développement, en particulier à partir de fibres courtes, reste limité en raison d'une compréhension insuffisante de leur comportement mécanique et de leur sensibilité aux facteurs environnementaux. Bien que les propriétés mécaniques des composites en fibre de bois ne semblent pas dépendre du type de bois, la fibre lignocellulosique, le type de lignine et la teneur en cellulose et hémicellulose ont de fortes influences [3] .

Les fibres naturelles sont obtenues à partir de diverses sources naturelles telles que les plantes, les animaux et les minéraux . Les fibres végétales sont en outre classées en fonction de la source et de leurs propriétés physiologiques. Les fibres obtenues à partir de la tige sont appelées fibres libériennes (lin, chanvre, kénaf, jute, isora, etc.). Il existe aussi les fibres de feuilles (sisal, abaca, curaua, palmier, etc.), fibres de graines (coton, soja, kapok, calotropis procera , etc.), fibres de fruits (coco, luffa, etc.), fibres d'herbe (bambou, paille de blé, baggase, etc.) et des fibres de bois comme le bois dur et le bois tendre (bois de teck, bois de rose, bouleau, etc.). Le choix d'une fibre plutôt qu'une autre peut être motivé par les propriétés mécaniques, physiques et chimiques des fibres. Mais, la disponibilité d'une fibre locale présentant des propriétés intéressantes peut être considérée comme un facteur déterminant pour le choix d'une fibre. L'extraction appropriée des fibres naturelles représente un défi majeur lors du traitement des fibres végétales. Les méthodes les plus courantes pour séparer les fibres végétales sont le rouissage à la rosée et le processus de rouissage à l'eau. Selon la catégorie de fibre, ces méthodes nécessitent environ 14 à 28 jours pour la dégradation des cires, de la pectine, de l'hémicellulose et de la lignine. Pour réduire le long temps de traitement, des méthodes alternatives telles que l'extraction mécanique et les traitements chimiques ont été introduites [3].

Les composites plastiques renforcés de fibres de bois sont traités par de nombreuses techniques telles que l'extrusion, le moulage par injection, le moulage par compression et

le moulage par rotation. Le moulage par injection est l'une des techniques de traitement habituellement utilisées en raison de l'économie, de la grande quantité et de l'opération de finition post-moulage, mais des études sur la façon dont les paramètres de moulage par injection influencent sur les propriétés des composites sont très limitées. En raison de la faible résistance thermique des fibres végétales, la plupart des voies de traitement appliquées aux bio composites y compris le moulage par injection, l'empilement de films, le moulage sous vide, etc., ont un effet important sur l'intégrité des parois cellulaires. Le FDM (Fused Deposition Modeling), la technique de fabrication additive la plus communément utilisée est une alternative crédible parce qu'elle ne nécessitant pas de pression forte lors de la fabrication.

Ainsi, l'objectif de cette revue de littérature dans sa première partie est de montrer comment les paramètres, comme la température de fusion, la température du moule, la vitesse d'injection, la pression de maintien, la pression d'injection et, dans une certaine mesure, la teneur en fibres ont influencé les propriétés mécaniques, morphologiques et tribologiques des composites de polyéthylène ainsi que l'absorption d'eau, la résistance de liaison et la conductivité électrique. On cite d'abord les paramètres d'injection et leur réglage dans sa généralité, puis il est discuté de leur effet sur les composites de polyéthylène.

Dans l'autre partie, on explore l'impression 3D par une courte revue des procédés qui existent. Une revue de littérature détaillée sur le procédé ME-AM (Extrusion de matériaux-Fabrication additive) et sur l'impression 3D des polyoléfinés s'en suit.

Il est enfin démontré comment les composites à fibres de bois, matériaux étudiés dans cette thèse constituent un énorme problème en impression 3D.

## **II.1. Injection**

### **II.1.1. Paramètres d'injection et réglage général**

Dans le procédé de moulage par injection, le matériau est préchauffé dans une chambre cylindrique à une température à laquelle il peut s'écouler puis il est forcé dans une cavité de moule fermée à froid au moyen d'une pression très élevée, qui est appliquée hydrauliquement par le piston ou le piston à vis. La vis tourne pour ramasser, fondre, et

mélanger la masse fondue et la remettre au moule fermé. La vis est ensuite déplacée vers l'avant pour forcer un volume fixe du polymère fondu dans le moule fermé. Après fusion, le matériau est solidifié dans le moule refroidi ; la vis tourne et se déplace vers l'arrière pour le prochain cycle [9]. Il existe plus de 200 paramètres différents qui doivent être établis et contrôlés pour réaliser un moulage par injection approprié d'une pièce en plastique. Ces paramètres se situent dans quatre domaines principaux : la pression, la température, le temps et la distance [56].

#### **II.1.1.1. Pression**

La première pression à considérer est la contre-pression ou pression de retour. C'est la pression qui se crée lors de l'action de retour de la vis après l'injection de matière. Cette pression est utilisée pour un meilleur mélange du plastique en enlevant de petites quantités d'air piégé et en contrôlant le poids de la tige en maintenant une densité précise d'un volume de masse fondu donné. Le réglage maximal est nécessaire parce que tout excès entraînera un trop grand cisaillement du plastique et entraînera une dégradation thermique de la matière plastique. Le type de pression suivant à prendre en compte est la pression d'injection. C'est la pression primaire pour l'injection de 95% du plastique fondu dans le moule fermé. Normalement, la plus grande pression et le taux de remplissage le plus rapide sont les meilleures conditions. Cependant, une forte pression augmentera le stress et ce stress sera relâché à un moment donné. Il vaut mieux déterminer la quantité minimale de pression nécessaire pour remplir le moule. Une fois que la majorité du plastique (95%) a été injectée en utilisant une pression d'injection standard, la machine devrait se servir de la pression de maintien. Cette pression est environ la moitié de la pression d'injection et est utilisée pour finir de remplir le moule en assemblant les molécules de manière ordonnée. Cette pression est nécessaire jusqu'à ce que le matériau se solidifie, normalement entre 3 à 4 secondes. Une fois que cela se produit, maintenir la pression n'a plus d'effet sur les molécules.

La seule raison d'avoir une pression de serrage est de garder le moule fermé contre la pression d'injection. Par conséquent, la quantité de pression de serrage requise est basée

sur le matériau moulé. Les matériaux à écoulement plus facile nécessitent moins de pression d'injection, donc ils nécessitent moins de pression de serrage [56].

#### II.1.1.2. Chaleur

Le prochain paramètre important est la chaleur. La chaleur est utilisée pour adoucir le plastique au point de pouvoir l'injecter, mais la chaleur se retrouve aussi dans le moule et dans l'échangeur de chaleur de la machine. La température d'injection est l'un des facteurs les plus importants dans le moulage du plastique. La plupart de la fusion de la résine se produit en raison du chauffage par friction de la rotation de la vis à l'intérieur du canon. Les bandes de chauffage du baril servent principalement à conserver la résine à la température appropriée. La méthode la plus commune utilisée pour refroidir le plastique une fois qu'il est injecté dans le moule est un ensemble de lignes d'eau. Ces lignes sont reliées à une source d'eau à température contrôlée qui circule à travers le moule et qui élimine la chaleur qui s'accumule dans le moule. En fait, l'eau est utilisée pour maintenir la température du moule et doit être la même température en sortant [56, 57]. Les températures suggérées d'injection et du moule pour des matériaux spécifiques sont indiquées dans le tableau II-1.

**Tableau II-1: Température d'injection et du moule pour des matériaux spécifiques [56].**

Polymère	Abréviation	Melt Temp °c	Mold Temp °c
Acrylonitrile Butadiene	Styrene ABS	240-280	50-80
Styrene Acrylonitrile	SAN	200-270	40-80
Acrylate Styrene Acrylonitrile	ASA	240-280	40-80

ASA/PC Blend	ASA + PC	260-300	60-90
Poly Methyl Methacrylate	PMMA	200-260	50-80
Low Density Polyéthylène	LDPE	170-240	10-40
Polypropylène	PP	200-270	10-40
High Density Polyethylene	HDPE	180-270	10-40
Polystyrene	PS	180-260	10-40
Nylon 6.6	PA 66	280-300	40-60
	PA 66 + Glassed Fibre	285-310	80-120
Nylon 6	PA 6	230-290	40-60
	PA 6 + Glassed Fibre	260-290	80-120
Polyacetal	POM copolymer	180-230	60-120
Polybutylene Terephthalate	PBTP	245-270	60-80
Polyether Sulphone	PES	320-360	140-160
Polysulphone	PSU	310-360	120-160
Polycarbonate	PC	280-310	80-120
Polyvinyl Chloride (rigid)	PVC	170-210	20-50

### **II.1.1.3. Rotation de la vis et vitesse d'injection**

La vitesse de rotation de la vis (RPM) est la vitesse à laquelle la vis de plastification tourne. Plus la vis tourne vite, plus vite le matériau est comprimé par les vols à vis, ce qui augmente la quantité de chaleur par cisaillement. La vitesse d'injection est la vitesse avant de la vis lors de son opération d'injection.

Pour la plupart des résines en ingénierie, la vitesse d'injection doit être réglée sur la vitesse maximum. Cependant, une vitesse d'injection plus lente au début de l'injection peut être nécessaire pour éviter un écoulement turbulent lorsque le matériau traverse les zones restrictives telles que les portes. La vitesse d'injection devrait être réduite de nouveau vers la fin de l'injection pour éviter de clignoter à la fin de la course et pour améliorer la formation de lignes de soudure homogènes après un flux divisé [57].

### **II.1.2. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés des composites PE**

#### **II.1.2.1. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques**

Les propriétés mécaniques des CFN à base de polyéthylène dépendent des paramètres d'injection.

C. Fetecau et al. ont étudié l'effet des paramètres de moulage par injection sur du polyéthylène basse densité renforcés avec des nanotubes de carbone multi-paroi à 2,5% (LDPE-MWNT) et le LDPE vierge [59]. La méthodologie de Taguchi avec quatre facteurs et deux niveaux a été utilisée pour la conception de l'expérience [60, 61]. La température d'injection, la température du moule, la pression de maintien et la vitesse d'injection ont été sélectionnées. Le temps de maintien a été réglé sur 5 s, tandis que le temps de refroidissement à 30 s. Pour le LDPE vierge, la température d'injection est le facteur le plus important sur le module de Young. La température du moule, la vitesse d'injection et la pression de maintien ont des effets modérés. L'augmentation de la température d'injection, de la température du moule et de la vitesse d'injection diminue le module de Young, tandis que l'augmentation des pressions de maintien augmente le module de Young. Pour le composite LDPE-MWNT, la température d'injection est le facteur le plus important. La température du moule a un effet modéré, mais significatif par rapport à la

pression de maintien ou à la vitesse d'injection qui ne semblent pas influencer beaucoup sur le module de Young. La température a un effet négatif sur le module de Young. À mesure que la température du moule et de la masse fondue augmente, le module de Young diminue [59].

P.S.M. Megat-Yussof et al. ont étudié l'effet de la pression du maintien et de la température d'injection sur les coques vides de palmier à huile et le HDPE (EFB) -HDPE. Deux séries d'échantillons ont été produits [33]. Dans une série, des échantillons ont été produits à une pression de maintien variable de 60, 70, 80 et 90 bars, tandis que la température d'injection a été maintenue à 170 ° C. Dans une autre série, des échantillons ont été produits à différentes températures d'injection, soit 150, 170, 190 et 210, tandis que la pression a été fixée à 80 bars. La pression du maintien a montré une influence sur la résistance à la traction et à la rupture des composites bien qu'avec moins d'impact sur la résistance à la flexion. La pression de maintien croissante augmente l'orientation moléculaire des chaînes polymères de la matrice [62]. Une orientation moléculaire accrue entraîne un niveau accru de cristallinité des composites. Le sens de l'injection pendant la fabrication de l'échantillon influence également l'orientation des fibres dans les composites [63]. L'amélioration observée des propriétés de traction à mesure que la pression de maintien augmente est due à une anisotropie. Cependant, si la pression de maintien augmente au-delà du niveau optimal, la chaîne moléculaire des composites devient trop emballée, ce qui entraîne des enchevêtrements de chaîne et réduit la cristallinité [37, 64]. Par conséquent, augmenter la pression de maintien au-delà de ses limites pendant le processus de moulage par injection de composite peut contribuer à des propriétés de traction plus faibles. La résistance à la flexion est moins affectée par la pression de maintien en raison de la différence d'application de charge par rapport à celle en mode de traction. Pendant le test de flexion, la charge est appliquée normalement à l'orientation de la fibre et chaque fibre est soumise à la fois aux forces de traction et de compression. L'influence de l'orientation de la chaîne moléculaire sur la résistance à la flexion est inférieure à la compatibilité des liaisons entre la fibre et la matrice [65, 66]. Les propriétés mécaniques du HDPE (EFB) sont également influencées par la température d'injection. Parmi toutes les propriétés mécaniques, la résistance à la traction et à la flexion est moins affectée. La résistance à la traction, par exemple, diminue de 5% pour chaque incrément de la température d'injection.



Une tendance similaire est observée avec la résistance à la rupture des composites. Une température d'injection plus élevée a entraîné une diminution manifeste de la résistance à la rupture. La résistance à la flexion est la plus affectée (62%) par l'augmentation de la température d'injection. La diminution continue de la résistance à la flexion est observée à mesure que la température augmente. Le traitement des composites (EFB) -HDPE à une température d'injection plus élevée ont montré un impact négatif sur la résistance à la traction, à la rupture et à la flexion des composites. L'utilisation d'une haute température d'injection a entraîné une dégradation induite par la chaleur de la fibre [67]. Les auteurs ont conclu que, pour obtenir un composite avec de bonnes propriétés mécaniques, une température d'injection plus faible devrait être utilisée, tant que le polymère est bien fondu. S. Panigrahi et al. ont étudié le comportement mécanique des bio composites HDPE+ fibre de lin, tandis que la teneur en fibres, la température d'injection et la pression d'injection ont été modifiées [42]. L'étude a montré que la résistance à la traction était significativement dépendante du contenu en fibres et de la température d'injection. La pression d'injection n'a eu aucune influence significative sur la résistance à la traction du composite. Les trois facteurs influencent de manière significative sur la résistance à la flexion. Ceci indique que les propriétés de flexion sont plus facilement influencées par les paramètres d'injection que les propriétés de traction. Parmi les trois facteurs, le facteur ayant le plus d'impact était la teneur en fibres, suivie de la température d'injection ; le facteur ayant le moins d'impact était la pression d'injection [42].

#### **II.1.2.2. Effet des paramètres d'injection sur des propriétés mécaniques via la densité (morphologie)**

La littérature rapporte en détail comment améliorer efficacement les propriétés mécaniques via la modification physique des fibres [58, 68, 69] ou chimiques [69-72] ou par l'addition d'agents de couplage [69, 73, 74]. Mais toutes ces méthodes ne réduisent pas le poids des composites. L'idée principale de réduire le poids est de mousser le composite pour améliorer les propriétés mécaniques spécifiques. De nos jours, des méthodes plus complexes sont utilisées pour contrôler la structure finale de la mousse pour produire des mousses structurelles ; c'est-à-dire un matériau ayant une structure en sandwich (peau-cœur-peau). On sait que l'épaisseur de la peau et les propriétés mécaniques augmentent

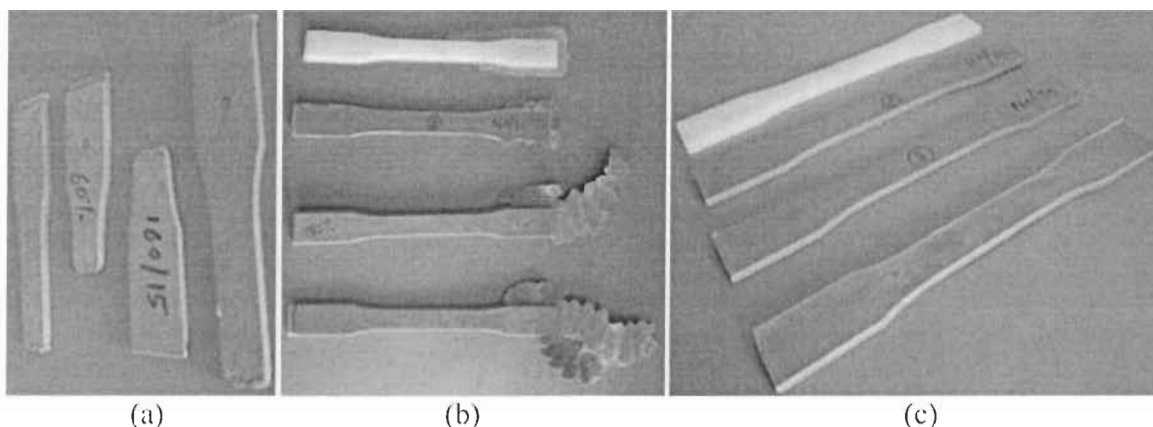
avec la diminution de la température du moule [75,76]. Sur la base de cette information, une méthode a été développée pour produire des mousses structurelles asymétriques en appliquant un gradient de température à l'intérieur du moule tout en moussant un composé [77]. Il semblait que les mousses asymétriques offrent un module de flexion plus élevé lorsque la charge est appliquée sur la peau plus épaisse, tandis qu'une plus grande résistance aux chocs est obtenue lorsque l'impact est effectué sur la face avec une peau plus mince. Bien que les propriétés mécaniques des mousses dépendent de paramètres morphologiques tels que la taille de la cellule, la densité cellulaire ou la forme de la cellule, il est rapporté que le paramètre principal est la densité [78]. Sur la base de toutes ces études, des composites de fibre d'agave HDPE ont été produits en utilisant un agent moussant chimique (azodicarbonamide) par C. Tissandier et al. [79]. Les échantillons ont été moulés par injection dans le but de produire des structures symétriques et asymétriques. Dans ce but, les températures des deux parties du moule ont été contrôlées de manière indépendante ainsi que la teneur en fibres et en agents moussants. Les résultats ont montré que l'augmentation de la température du moule augmente l'épaisseur de la peau, ainsi que l'augmentation de la différence de température du moule augmente le degré d'asymétrie même si cet effet était moins important lorsque la concentration de la fibre augmente.

En outre, l'augmentation de la teneur en fibres augmente les modules élastiques (tension, flexion et torsion), mais diminue la résistance et l'allongement à la rupture. En outre, l'augmentation de la teneur en agent gonflant diminue la densité, les modules élastiques (tension, flexion et torsion), la résistance et l'allongement à la rupture. La température du moule, dans la gamme des paramètres étudiés, a eu un effet relativement faible sur l'allongement à la rupture car la température la plus basse, maintenue constante, est celle qui contrôle principalement la morphologie finale des composites. Ils ont finalement conclu que les mousses micro cellulaires avaient un comportement de traction différent de leurs homologues renforcés de fibres naturelles [79].

Dans l'étude réalisée par C. Tissandier et al dans les années 2014 et 2015, les propriétés morphologiques et mécaniques en fonction du gradient de température à l'intérieur du moule (0-60 ° C), ainsi que le contenu des fibres et des agents moussants en utilisant du HDPE, la fibre de lin (FF) et l'azodicarbonamide (agent moussant, FA) ont été étudiés [80].

Dans la première partie de l'étude [81], l'effet des paramètres d'injection sur la morphologie finale (taille de la cellule, densité cellulaire, peaux et épaisseurs du noyau), la densité apparente et profil de densité ont été étudiés. Ils ont constaté que, la taille de la cellule, la densité cellulaire ; l'épaisseur de la peau et du noyau ont été affectés par le gonflement et la teneur en fibres naturelles et les températures du moule. L'étude a également montré qu'une meilleure structure asymétrique micro cellulaire a été obtenue avec une teneur élevée en fibres et en agents moussants et une température moyenne de moule plus élevée. Dans la deuxième partie de l'étude, les propriétés mécaniques (traction, flexion, torsion et impact) ont été analysées et ont été fortement influencées par la réduction de densité et la teneur en fibres naturelles. Ils ont également constaté que l'addition de fibres fournit un renforcement plus élevé en flexion qu'en torsion et flexion. En outre, le module de flexion et la résistance au choc ont été relativement peu affectés par la teneur en agent moussant pour la gamme de paramètres étudiés [78].

B.R. Bharath Kumar et al. avec leurs études menées en 2015 constituent la première tentative de fabrication de mousses syntaxiques et composites, utilisant une machine de moulage par injection à l'échelle industrielle [82]. Le HDPE est utilisé comme matrice et les cénoosphères de cendres sont utilisées comme charge. La pression et la température utilisées dans le procédé de moulage par injection sont optimisées pour minimiser la fracture des cénoosphères et pour obtenir un mélange complet des cénoosphères au HDPE. Les paramètres optimisés sont utilisés pour fabriquer des mousses syntaxiques avec 20, 40 et 60 wt. % de cénoosphères. Ils ont constaté, bien que le remplissage incomplet de la cavité du moule ait été obtenu à de faibles pressions pour des températures de 160 et 180 ° C, on observe clairement un remplissage excessif du moule pour des pressions élevées. Les spécimens de haute qualité sont coulés à des pressions de 30 à 40 kg / cm<sup>2</sup> (figure. II-1). Une pression très élevée peut conduire à une plus grande fraction de cénoosphères cassés, tandis qu'une température plus élevée conduit à une viscosité plus faible de la résine, ce qui entraîne un écoulement du moule. Les propriétés mécaniques ont également été analysées et il est noté qu'avec l'augmentation du contenu de la cénoosphère, la densité et la résistance diminuent et le module augmente.



**Figure II-1. Echantillons moulés à des pressions (a) inférieurs à  $30 \text{ kg / cm}^2$ , (b) supérieurs à  $40 \text{ kg / cm}^2$  et (c) à  $30, 35$  et  $40 \text{ kg / cm}^2$  [82]**

### **II.1.2.3. Effet des paramètres d'injection sur l'absorption d'eau des PE-Composites**

Étant donné que l'eau à l'intérieur du composite peut affecter ses propriétés physiques et mécaniques, une faible absorption d'eau est souhaitée dans les bio composites en ajustant les paramètres de fonctionnement. Les fibres naturelles sont de nature hautement hydrophile, elles absorbent facilement l'eau. Par conséquent, l'incorporation de fibres naturelles dans des matrices polymères augmentera généralement la capacité d'absorption d'eau du produit [82, 83]. Étant donné qu'une teneur élevée en fibres est souhaitée dans les bio composites pour obtenir de bonnes propriétés mécaniques, la diminution de l'absorption d'eau en contrôlant les paramètres d'injection comme la température et la pression sont importantes [42].

S. Panigrahi et al. ont étudié le comportement d'absorption d'eau du bio composite en polyéthylène et de fibre de lin, tandis que la teneur en fibres, la température d'injection et la pression d'injection ont été modifiées. On constate que lorsque la teneur en fibres dans le bio composite est de 30% et que la température d'injection est faible, l'absorption moyenne d'eau du bio composite est de 0,22% ; mais à la même teneur en fibres, lorsque la température d'injection augmente, l'absorption moyenne d'eau bio composite augmente à 0,54%. Ils ont conclu qu'il est très important de contrôler la température d'injection pour diminuer l'absorption d'eau du bio composite lorsque la teneur en fibres est plus élevée.

Basé sur l'analyse statistique SPSS, ils ont indiqué que la teneur en fibres et la température d'injection ont considérablement influencé l'absorption d'eau des pièces en bio composite,

alors qu'avec la pression d'injection presque rien n'a été observée. Lorsque le bio composite comprenait moins de 20% de fibres de lin, le changement de température d'injection n'entraînait pas une grande différence sur l'absorption d'eau. Mais lorsque la teneur en fibres a augmenté de 20 à 30%, l'absorption d'eau était évidemment influencée par la température d'injection. Il y a eu une augmentation de l'absorption d'eau lorsque la température d'injection était supérieure à 195 ° C. En effet, à plus grande température, la dégradation des fibres s'est produite, de sorte que plus de pores ont été formés entre l'interface fibre et matrice, ce qui a favorisé l'entrée d'eau dans les bio composites [42].

#### **II.1.2.4. Effet des paramètres d'injection sur la résistance de liaison et la conductivité électrique des PE-Composites**

Les nanotubes de carbone ont été démontrés comme les meilleurs nano fibres pour améliorer les propriétés mécaniques, physiques, thermiques ou autres propriétés fonctionnelles des polymères en raison de leurs propriétés exceptionnelles, y compris, entre autres, un module et une résistance élevés, une haute conductivité électrique et thermique et une haute résistance chimique [83, 84]. Cependant, le degré de conductivité des polymères dépend de la fraction volumique de la charge, de ses aspects géométriques et de sa répartition dans la matrice polymère [85-90]. À faible teneur de nanotubes de carbone, les propriétés électriques des nano composites sont similaires à celles du polymère isolant du fait que les nanotubes de carbone sont électriquement isolés l'un de l'autre par la matrice polymère. Lorsque la concentration dans les nanotubes de carbone augmente jusqu'à un niveau critique connu sous le nom de seuil de percolation, la résistivité diminue drastiquement puisque la distance inter-particulaire du carbone devient assez petite pour obtenir des électrons traversant le réseau de carbone [85-90]. La conductivité électrique des nano composites dépend également des propriétés de la matrice polymère. Comme la matrice d'hôte polymère est un isolant électrique et que les électrons se déplacent d'un nanotube de carbone à un autre, plus la structure cristalline est élevée, plus la fraction volumique des nanotubes de carbone est nécessaire pour obtenir des nano composites conductrices [85-90]. L'utilisation de composites polymères remplis de nanotubes de carbone et de la technologie de surmoulage est une solution prometteuse pour la fabrication de pièces à deux composants, car leurs propriétés électriques correspondent à une bonne

résistance mécanique. Pour le moulage par injection à deux composants, l'adhérence peut être influencée par presque tous les facteurs impliqués dans le processus de moulage. Cependant, les paramètres d'injection pertinents influençant la résistance à l'adhérence sont: la température de fusion et du moule, les pressions d'injection et de maintien, les temps de refroidissement et de maintien, la contre-pression et la vitesse d'injection [91-94]. Ces facteurs ont une influence directe sur la morphologie, l'orientation moléculaire et l'enchevêtrement dans le processus de formation de ligne de soudure [91, 92]. En particulier, dans le cas des composites remplis de nanotubes de carbone, l'une des principales difficultés avec le moulage par injection est la formation de zones conductrices et de zones conductrices riches en polymères et de nanotubes de carbone dans les pièces moulées par injection [58]. Sur la base de toutes les informations ci-dessus, F. Stan et al ont évalué au cours de l'année 2013 l'adhésion du LDPE au LDPE rempli de nanotubes de carbone à plusieurs parois (LDPE / MWCNT) à 2,5% en utilisant la méthode de moulage par injection à deux composants, grâce à laquelle les températures du moule et d'injection ont été modifiées [58]. Ils ont constaté que température du moule a un effet décroissant plus petit sur la résistivité du volume. La résistivité volumique du composite LDPE / MWCNT pour la température du moule de 60 ° C a diminué avec l'augmentation de la température de fusion. La résistivité volumique de la matrice LDPE est quelque peu inattendue puisque le LDPE est l'un des polymères les plus isolants. L'incorporation de 2,5% en poids du MWCNT dans le LDPE a amélioré la conductivité du LDPE, mais l'effet d'amélioration de la conductivité électrique est faible. Le faible effet sur la conductivité électrique peut être attribué à la faible dispersion des MWCNT et / ou au développement d'agglomérats de nanotubes pendant le processus de moulage par injection [93-97]. En outre, dans leur étude, le seuil de percolation électrique n'a pas été atteint [42]. Ils ont également montré que la force de liaison entre le LDPE et le composite de LDPE / MWCT augmente avec l'augmentation des températures de fusion et de moisissure. À des températures du moule plus élevées, cependant, la résistance de liaison diminue légèrement avec l'augmentation de la température de fusion. L'augmentation de la force d'adhérence a été attribuée à une meilleure interaction / diffusion entre les chaînes polymères [58].

#### **II.1.2.5. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés tribologiques des PE-composites**

La littérature sur les paramètres d'injection et leurs effets sur les propriétés tribologiques des PE-Composites reste jusqu' aujourd'hui très médiocre. Les quelques recherches effectuées ne concernent que le polyéthylène de masse moléculaire ultra-élevé (UHMWPE). UHMWPE possède une excellente résistance à l'usure, une forte résistance aux chocs, une bonne qualité de glissement et une faible perte de friction, et ses performances d'autolubrification peuvent être largement utilisées dans les applications d'ingénierie [98-100]. La plupart des échantillons UHMWPE sont traités avec moulage par compression ou par extrusion, car la viscosité d'UHMWPE est très élevée, ce qui signifie qu'elle ne coule pas correctement. Par conséquent, il est difficile de le mouler par injection. C'est seulement en 2009 que Hsien-Chang Kuo et al. ont étudié les relations entre l'orientation moléculaire et les différentes conditions de moulage par injection ; les paramètres d'usure UHMWPE ; et aussi le mécanisme d'usure sur les surfaces usées. Les paramètres variables du processus de moulage par injection étaient la température de fusion, la température du moule et la vitesse d'injection [101]. Leurs travaux ont révélé que le coefficient de frottement UHMWPE ainsi que la perte de volume d'usure sont significativement affectés par différents paramètres d'injection. L'augmentation du coefficient de frottement observée dans différentes conditions de moulage par injection est attribuée à la couche gelée. Des coefficients de frottement supérieurs se trouvent à une température de fusion de 280 ° C, température du moule de 70 ° C et vitesse d'injection de 210 mm / s lorsque la direction de glissement est parallèle à la direction du flux de fusion. La perte de volume d'usure la plus faible se trouve à une température de fusion de 280 ° C, température du moule de 90 ° C et vitesse d'injection de 210 mm / s, lorsque la direction de glissement est parallèle à la direction du flux de fusion. De même, la variation du coefficient de frottement et de la perte de volume d'usure avec différentes conditions de moulage par injection montre la même tendance que pour la direction de glissement perpendiculaire à la direction du flux de fusion. Les valeurs de perte de volume d'usure diminuent ou augmentent à mesure que les conditions de moulage par injection diminuent ou augmentent. La raison de ce comportement est que la température de fusion, la température du moule et la vitesse d'injection changent les propriétés de la surface, telles

que la viscosité ou la densité de la masse fondue, et peuvent entraîner un gradient de température plus élevé près de la paroi du moule en raison de l'effet de transfert de chaleur [102]. Ils ont également constaté en ce qui concerne la dureté de surface, la dureté UHMWPE diminue à mesure que les charges de contact coulissant augmentent, et les conditions de moulage par injection ont peu d'impact sur la dureté. Ainsi, la charge de contact coulissante est un facteur important pour la dureté de surface UHMWPE [101]. Mohamad Raffi et co. ont également étudié le comportement d'usure de l'UHMWPE réticulé. Les spécimens UHMWPE sont moulés par des techniques de moulage par injection en faisant varier les paramètres de température de fusion (MT) [103, 104]. Deux types de matériaux différents ont été utilisés dans l'étude, l'un avec UHMWPE non irradié et un autre avec  $\gamma$ UHMWPE. L'étude a révélé que la température de fusion a influencé la dureté et les propriétés d'usure telles que le coefficient de frottement et le taux d'usure, respectivement. La microdureté correspondant à MT de 280 ° C a été plus élevée que celle de 260 ° C et 300 ° C, car une liaison solide est réalisée dans des échantillons MT de 280 ° C UHMWPE. Le coefficient de frottement COF et le taux d'usure de UHMWPE et  $\gamma$ -UHMWPE sont minimaux pour les spécimens correspondant à MT de 280 ° C, alors que les spécimens obtenus à des MT de 260 ° C et 300 ° C ont un COF et taux d'usure plus élevé. L'examen des surfaces usées avec le microscope électronique à balayage a révélé que le repassage (Ironing) est le mécanisme prédominant pour les spécimens correspondant à la MT de 280 ° C, alors que les mécanismes de labour (ploughing) et de grattage sont prédominants pour les spécimens obtenus à la MT de 300 ° C. Les spécimens correspondant à MT de 260 ° C ont été dominés par la déformation plastique et la fatigue.

Les tableaux II-2, II-3 et II-4 résument les effets des principaux paramètres du processus de moulage par injection sur les propriétés mécaniques, morphologiques, l'absorption d'eau, la force de liaison et les propriétés tribologiques des composites de polyéthylène. Le signe plus dans le tableau indique que l'augmentation de la valeur du paramètre a un effet croissant. Le signe moins fait référence à un effet décroissant. Le nombre de signes plus ou moins se réfère à l'intensité de l'effet. 0 signifie aucun impact



Tableau II-2: Effets des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques des composites de polyéthylène (Le signe plus indique que l'augmentation de la valeur du paramètre a un effet croissant, tandis que le signe moins fait référence à une diminution. 0 signifie pas d'impact) [59].

Refe renc es	Comp os-ites		Melt (inj.) Temp.	Mold Temp.	Holding Pressure	Injectio n Speed	fiber content s		Mechanical Properties
[43]	LDPE - MWN T		---	--	+	+			Young's modulus
[30]	HDPE -EFB		---		+++/-	-			fracture strength
			--		++				flexural Strength
			--		+++/-	-			Tensile Strength
[39]	HDPE - Flax Fiber		+++		0		+++		tensile strength
			++		+		+++		flexural strength

**Tableau II-3 : Effets des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques via la densité (morphologie) des composites de polyéthylène (Le signe plus indique que l'augmentation de la valeur du paramètre a un effet croissant, tandis que le signe moins fait référence à une diminution. 0 signifie pas d'impact) [59]**

Refe renc es	Compo sites	Injection Temp.	Mold Temp.	Injection Pressure.	Foaming Agent contents	fiber conte nts	Mechanical and morphological Properties
au[6 2]	HDPE- agave fiber				--		density
					--	++	elastic moduli
					--	-	strength
			+		--	-	Elongation at break
			+++				Skin-thickness
			+++			+	asymmetry
[64]	HDPE, -flax fiber		++		++	++	Cell size
			++		++	++	Cell density
			++		++	++	skin and core thickness
			++		++	++	asymmetry
[63]	HDPE- Flax Fiber					++	tensile
					+	+++	flexion
						++	torsion,

					+	+++		impact
[65]	HDPE+ fly ash ceno.	++/- -		++/- -		--		density
						++		modulus
						--		strength

**Tableau II-4 : Effets des paramètres d'injection sur l'absorption d'eau, la force des liaisons et les propriétés tribologiques des composites de polyéthylène (Le signe plus indique que l'augmentation de la valeur du paramètre a un effet croissant, tandis que le signe moins fait référence à une diminution. 0 signifie pas d'impact) [59].**

Refe renc es	Compo sites	Melt(inj.)  Temperat ure	Mold Temp	Injection pressure.	Injection Speed	Fiber contents	Water absorption, electrical conductivity and tribological Properties
[39]	HDPE + Flax Fiber	++		0		++	Water absorption
[43]	LDPE/ MWC NT		--				volume resistivity
		++/-	++/-				bonding strength
[85]	UHM WPE	++	++		++		friction coefficient
		++/--	++/--		++/--		wear volume loss
[87]	UHM WPE	++/--					hardness
		++/--					coefficient of friction
		++/--					wear rate

Avec les tableaux, il semble que l'étude des paramètres du processus de moulage par injection se produit le plus pour un composite PE avec des fibres naturelles ou bio (lin, agave, grappe de fruits vides). Il devient de plus en plus évident que, utiliser la température du moule et d'injection pour les thermoplastiques et en particulier le PE, pendant l'injection des composites de bois, par exemple, peut conduire à des pièces de propriétés médiocres. Les effets de la pression ou de la température sur le plastique et le bois sont différents. Il devient évident que l'augmentation de la teneur en fibres de bois peut nécessiter, par exemple, une augmentation ou une diminution de la pression ou de la température d'injection.

Certaines tendances sont également observées avec les tableaux :

- Les paramètres étudiés soit, la température de moule et d'injection, la pression d'injection et de maintien, la vitesse d'injection, la teneur en fibres ou en agents moussants influencent positivement ou négativement les propriétés des composites PE. Le contenu de la fibre reste le paramètre le plus étudié dans le processus de moulage par injection, même lorsque les autres paramètres sont modifiés.

- La température du moule et le contenu de l'agent mousseux sont les paramètres les plus utilisés pour améliorer les propriétés morphologiques telles que la taille de la cellule, la densité cellulaire, l'épaisseur de la peau.

- De plus, il est évident que les propriétés mécaniques, la résistance, la flexion, la torsion, la traction, l'impact des composites PE dépendent fortement de la proportion de fibres contenue dans le CFN.

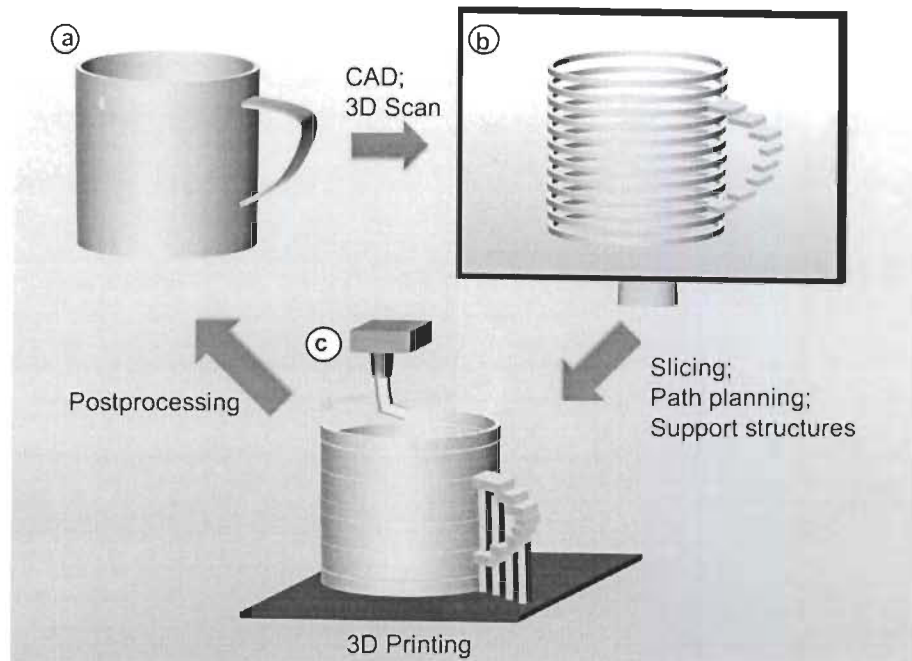
Cet examen a montré en détail comment les paramètres d'injection tels que la température de fusion, la température du moule, la vitesse d'injection, la pression de maintien, la pression d'injection et, dans une certaine mesure, la teneur en fibres avaient influencé les propriétés mécaniques, morphologiques, tribologiques des composites de polyéthylène ainsi que l'absorption d'eau, la force d'adhérence et la conductivité électrique. Il serait très souhaitable qu'il se fasse dans les années à venir les études sur la tribologie des CFN à base de polyéthylène puisque la littérature dans ce domaine est plus que médiocre [58].

## II.2. Impression 3D

### II.2.1. Généralités

Introduit pour la première fois dans les années 80 pour servir les besoins spécialisés en modélisation et en prototypage rapide (RP), l'impression 3D alias Fabrication Additive (AM, Additive Manufacturing) a émergé comme une plate-forme technologique polyvalente pour la Conception Assistée par Ordinateur (CAO) et fabrication rapide. AM permet la production de pièces sur mesure à partir de métaux, de céramiques et polymères sans avoir besoin de moules ni d'usinage typiques pour fabrication conventionnelle formative et soustractive. Aujourd'hui les imprimantes 3D sont disponibles dans le commerce à moins de 500 dollars US, ce qui permet la fabrication d'objets 3D même à la maison. De la même manière que le développement de l'impression 2D numérique ainsi que la publication assistée par ordinateur a révolutionné la communication technologie de l'information, le développement des technologies AM en conjonction avec « l'internet des objets » a le potentiel de révolutionner la fabrication assistée par ordinateur des objets complexes et systèmes de matériaux multifonctionnels. Tandis que la fabrication conventionnelle est régie par des contraintes de traitement liée à la production de masse industrielle, AM est intrinsèquement agile permettant une rotation plus rapide de la conception et de la fabrication des objets personnalisés sur mesure pour répondre aux demandes des individus et des applications spécifiques. En littérature, les termes fabrication additive, prototypage rapide, fabrication par couches, fabrication libre de formes solides, la fabrication 3D et l'impression 3D sont utilisés plus ou moins comme synonyme. Alors que la « Fabrication Additive » est préférée par la plupart des ingénieurs, le terme « impression 3D » est beaucoup plus commun en particulier dans les médias populaires. Dans cette thèse, les termes « fabrication additive » (AM) et impression 3D seront à la fois utilisés pour décrire le même principe général de fabrication.

AM permet la production de structures 3D de formes à complexité élevée. Bien qu'une tasse de café ne soit pas très complexe, il fournit un objet pratique pour démontrer les concepts de AM (Figure II.2) [105].



**Figure II-2. Principes de base de la fabrication additive [105]**

a) Développement d'idées de produits transformées en données numériques au moyen de la CAO, ou l'analyse de données géométriques au moyen d'un balayage 3D;

(b) prétraitement des données de modèle: découpage du modèle virtuel en couches données, ajustement des structures de support pour stabiliser les structures de levage, planification du trajet et transfert successif de données en couches sur une imprimante 3D;

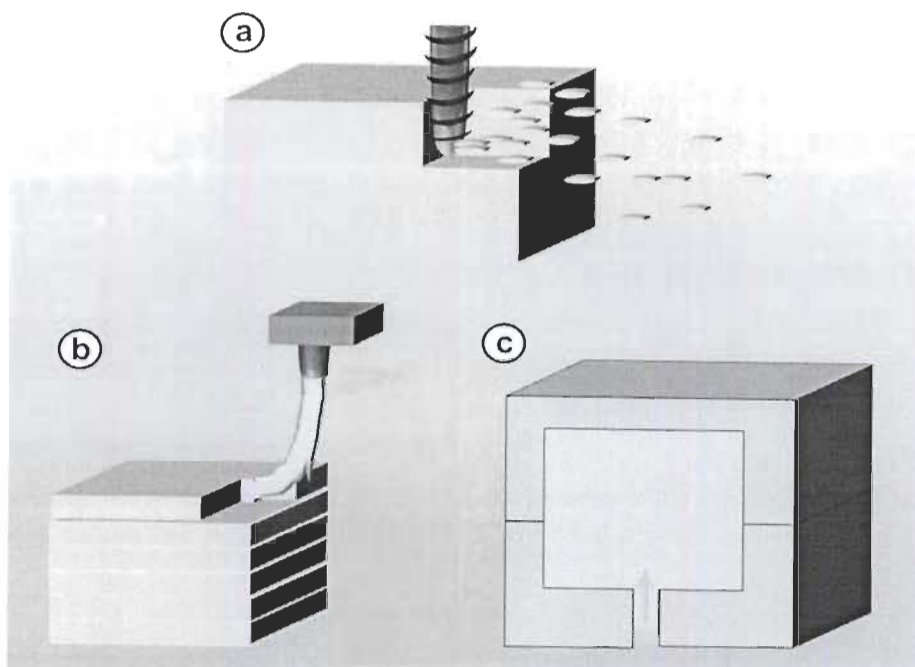
(c) et la fabrication additive de modèle ou de produit, par exemple en extrusion, post-traitement pour éliminer les artefacts typiques, y compris les structures de support et rugosité de surface.

Dans un premier temps, la CAO est utilisée pour créer un objet virtuel, qui est ensuite découpé numériquement. Les objets avec des parties en porte-à-faux (c'est-à-dire la poignée de la tasse à café) sont conçus avec des structures de support temporaires pour empêcher l'effondrement pendant le processus de fabrication. Les coordonnées de l'objet virtuel et des tranches numériques sont ensuite utilisées pour piloter les moteurs, qui contrôlent la position du dispositif de construction ou de l'orifice de distribution 3D, respectivement. Pour des raisons pratiques, ce type de fabrication assistée par ordinateur (FAO) s'effectue normalement couche par couche avec des épaisseurs de couche typiques allant de 15 à 500  $\mu\text{m}$ . Quand l'épaisseur de la couche est inférieure à 50  $\mu\text{m}$ , l'œil nu ne

sera généralement pas en mesure de reconnaître les étapes associées à une approche de fabrication en couches. Pour les couches plus épaisses ou dans des applications plus exigeantes, le post-traitement peut être utilisé pour supprimer les structures de support ou pour améliorer les propriétés de la surface. Par rapport au traitement conventionnel des polymères (Figure II-3), par des techniques formatrices comme le moulage par injection et soustractives comme l'usinage CNC, AM est plus lente mais permet la fabrication guidée par CAO de systèmes de matériaux multifonctionnels aux formes et fonctionnalités complexes, y compris les bio systèmes. Avec le développement de systèmes faciles à utiliser, présentant des vitesses de fabrication suffisamment rapides et des prix réduits, AM est passée de l'arène des processus de « fabrication de niche » à un public beaucoup plus vaste. Malgré les progrès importants accomplis ces dernières années, il reste encore un certain nombre de défis à relever pour que la AM soit un outil de fabrication à grande échelle. Bon nombre de ces problèmes sont liés à l'insuffisance des propriétés des matériaux (propriétés thermomécaniques, anisotropie, porosité, stabilité à long terme, coût, propriétés à la corrosion, fluage, etc.) de fabrication actuellement utilisés. En se concentrant sur les matériaux polymères, on va énumérer dans cette thèse les différents procédés AM utilisant des polymères ainsi que les exigences techniques des matériaux utilisés[105].

Le nombre de plus en plus grand de processus AM peut être classé en utilisant différents critères, allant de l'application (prototypage visuel, prototypage fonctionnel outillage, et fabrication rapide) à la condition initiale de matériaux transformés ou le principe physique sous-jacent au processus de solidification principalement par couches [106].





**Figure II. 3 : Comparaison entre les techniques de fabrication (a) soustractives, (b) additives et (c) formatives [105]**

En 2009, le Comité international F42 de l'ASTM sur la technologie de la fabrication additive a défini un certain nombre de termes pour distinguer les technologies de fabrication additive de leurs concurrentes formatrices et soustractives (Figure II- 4) et pour classer différents processus de fabrication additive qui sont les suivants [107, 108].

1-**L'extrusion de matériau** est un processus de fabrication additive dans lequel le matériau est sélectivement distribué à travers une buse. Dépôt de fil fondu (FDM), la fabrication de filaments fondus (FFF), la distribution 3D et le bio-transfert 3D entrent dans cette catégorie.

2- **Le jet de matériau** est un processus de fabrication additive dans lequel des gouttelettes de matériau de construction (telles que des matériaux photopolymères ou thermoplastiques) sont déposées de manière sélective. Les systèmes basés sur l'impression à jet d'encre entrent dans cette catégorie.

3-**Le jet de liant** est un procédé de fabrication additive dans lequel un agent de liaison liquide est déposé de manière sélective pour fondre des matériaux en poudre. La stratification de feuilles est un processus de fabrication additive dans lequel des feuilles de matériau sont liées pour former un objet.

4- **La photopolymérisation de cuve** est un procédé de fabrication d'additif dans lequel le photopolymère liquide dans une cuve est durci de manière sélective par polymérisation activée par la lumière. De nombreuses approches AM basées sur la lithographie (par exemple, la polymérisation multi photonique (2PP), le traitement numérique de la lumière (DLP) et la stéréolithographie (SLA)) peuvent être regroupées dans cette catégorie.

5- **La fusion en lit de poudre** est un procédé de fabrication additive dans lequel de l'énergie thermique (fournie, par exemple, par un laser ou un système électronique, faisceau) fusionne sélectivement les régions d'un lit de poudre. Laser sélectif de frittage (de Systèmes 3D) et le frittage laser (de EOS), qui sont tous deux abrégés SLS, et l'usinage par faisceau d'électrons (EBM) entrent dans cette catégorie. Ces procédés utilisent comme matériaux les métaux ainsi que les polymères.

6- **Le dépôt d'énergie dirigé** est un processus de fabrication additive dans lequel de l'énergie thermique focalisée (par exemple, un arc laser ou plasma) est utilisée pour fondre des matériaux en les faisant fondre au moment de leur dépôt. Ce processus n'est actuellement utilisé que pour les métaux.

Le tableau II-5 répertorie les techniques AM avec certaines de leurs caractéristiques et limitations les plus pertinentes [105].

**Tableau II- 5 : Classification des Techniques AM pour les polymères, avec avantages et inconvénients [105]**

categorized techniques	typical and largest build volume	typical feature resolution	typical materials	advantages	disadvantages
<b>Vat Photopolymerization</b>					
exposure from top	250 × 250 × 250 mm <sup>3</sup> 800 × 330 × 400 mm <sup>3</sup> (Prodways)	50–100 μm	acrylates/epoxides	excellent surface quality and precision	limited mechanical properties
CLIP	150 × 80 × 300 mm <sup>3</sup>	75 μm	acrylates	high build speed	low-viscosity resins required
exposure from bottom	100 × 100 × 100 mm <sup>3</sup> 300 × 300 × 300 mm <sup>3</sup> (DigitalWax 30X)	25–100 μm	acrylates/epoxides	low initial vat volume; better surface quality	limited mechanical properties
multiphoton lithography	5 × 5 × 1 mm <sup>3</sup> 100 × 100 × 3 mm <sup>3</sup> (Nanoscribe)	0.1–5 μm	acrylates	very high resolution	low build speed; limited materials
<b>Powder Bed Fusion</b>					
polymer SLS	250 × 250 × 250 mm <sup>3</sup> 1400 × 1400 × 500 mm <sup>3</sup> (Huake 3D HKS1400)	50–100 μm	PA12, PEEK	best mechanical properties; less anisotropy	rough surfaces; poor reusability of unsintered powder
<b>Material and Binder Jetting</b>					
polyjet	300 × 200 × 150 mm <sup>3</sup> 1000 × 800 × 500 mm <sup>3</sup> (Objet 1000)	25 μm	acrylates	fast; allows multimaterial AM	low viscosity ink required
aerosol jet printing	200 × 300 × 200 mm <sup>3</sup> (Aerosol Jet 5X)	10 μm	conductive inks/dielectrics	high resolution; low temp process	low viscosity ink required
3D printing (binder jetting)	200 × 250 × 200 mm <sup>3</sup> 1000 × 600 × 500 mm <sup>3</sup> (Voxeljet)	100 μm	starch, PLA, ceramics	fast; allows multimaterial AM; low temp	limited strength of parts; rough surfaces
<b>Sheet Lamination</b>					
laminated object manufacturing	170 × 220 × 145 mm <sup>3</sup> (Solidimension SD300)	200–300 μm	PVC, paper	compact desktop 3D printer	limited materials; low resolution; high anisotropy
<b>Material Extrusion</b>					
FDM	200 × 200 × 200 mm <sup>3</sup> 1005 × 1005 × 1005 mm <sup>3</sup> (BigRep One)	100–150 μm	ABS, PLA, PC, HIPS	inexpensive machines and materials	rough surfaces; high temperature process
3D dispensing	150 × 150 × 140 mm <sup>3</sup> (3D Bioplotter)	100 μm to 1 cm	thermo-plastics, composites, photorecins, hydrogels, biomaterials	broad range of materials	rough surfaces; narrow viscosity process window

### II.2.2. Impact économique

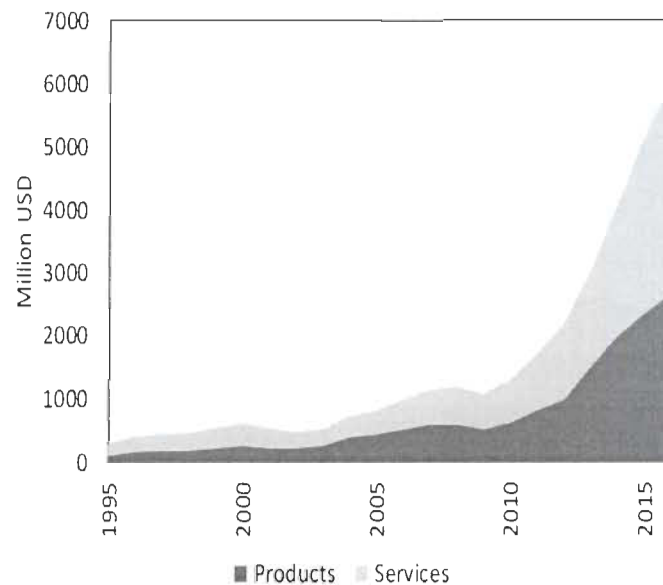
La motivation économique initiale pour le développement de l'AM dans les années 80 (mieux connu sous le nom de RP à cette époque) allait s'accélérer et réduire les coûts liés au développement de produits. En comparaison avec les technologies de fabrication soustractive telles que l'usinage à commande numérique CNC, AM génère moins de gaspillage (en termes de matériaux de construction et de machines-outils de remplacement) et permet d'incorporer des sous-structures et des contre-dépouilles internes plus complexes.

En fournissant aux concepteurs de nouveaux processus leur permettant de créer et de modifier efficacement des modèles physiques pour but de validation, des erreurs de conception pourraient être identifiées plus tôt [109-111].

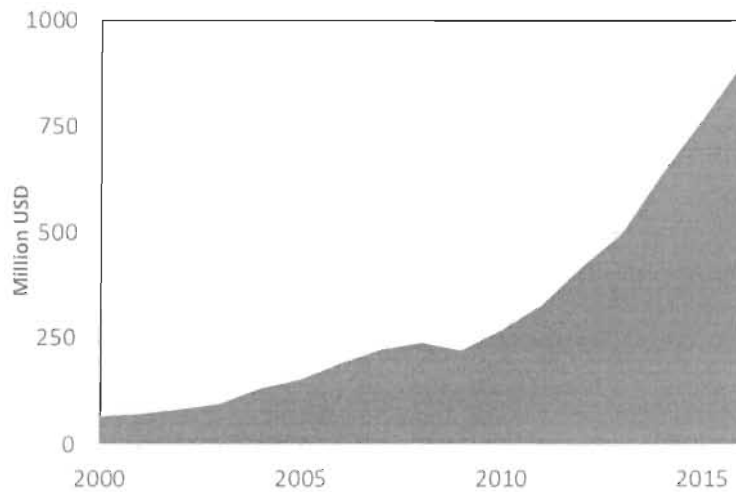
AM trouve son application dans la fabrication de pièces sur mesure, y compris de prototypes, et de pièces de petites séries. L'AM est non seulement de loin plus flexible que les procédés classiques de moulage ou de coulée, mais peut également être considéré comme économiquement avantageux dans les cas où les dépenses financières et en temps nécessaires à la production de moules et d'outils de formage dépassent les coûts de production habituellement plus élevés. Comme le montre la figure II-4, les revenus des services ainsi que ceux des produits (systèmes et matériaux) ont augmenté depuis la crise de 2008 et les chiffres mondiaux ont dépassé la valeur de 5 milliards de dollars en 2015[112]. Cette croissance significative a suscité beaucoup d'intérêt pour les activités et les principaux acteurs du secteur manufacturier (aérospatiale, énergie, automobile, produits de consommation, et produits médicaux / dentaires) ont démarré des activités dans ce domaine. AM est actuellement en mesure de fabriquer des pièces en métaux, polymères et céramiques. Comme l'indique la figure II-5, les revenus tirés des ventes de matériaux ont dépassé la valeur de 900 millions USD en 2016. Il est intéressant de noter que la plus grande partie de ces ventes de matériaux est toujours destinée aux photopolymères (350 millions USD), bien que, à quelques exceptions près, les photopolymères sont principalement utilisés pour des applications de moulage et de prototypage. Des métaux pour AM d'une valeur de 127 millions USD ont été vendus en 2016 et un montant estimé à 225 millions USD a été consacré aux polymères-poudres pour le frittage au laser [113]. Les revenus restants proviennent principalement de la vente de filaments de polymère pour la FDM. Les polymères constituent donc clairement la classe de matériaux la plus largement utilisée pour l'AM. Au fur et à mesure que AM s'imposait et que la qualité des processus et des matériaux atteignait un niveau supérieur, les applications se sont élargies pour inclure des prototypes pour les tests fonctionnels (prototypage fonctionnel). Parallèlement, la précision de plus en plus concurrentielle de la reproduction CAO et de la qualité de surface a permis l'utilisation de la matière active dans le secteur de l'outillage (outillage rapide), soit en produisant directement des moules, soit en combinant la

fabrication additive à des techniques de post-traitement telles que l'usinage CNC ou l'usinage par électro-décharge [106, 109, 114, 115].

La faisabilité économique de la fabrication additive pour les pièces de l'utilisateur final dépend principalement du nombre et de la vitesse globale des pièces identiques à produire. Bien qu'il ne soit pas pratique pour la production en série d'objets simples, AM peut supplanter les techniques de fabrication conventionnelles, notamment formatives, dans des applications très personnalisées. Certaines applications cliniques servent d'exemples où la fabrication directe pour le consommateur est bien établie. En ostéoplastique, en dentisterie prothétique et en orthodontie, les implants ou supports parfaitement ajustés sont souvent fabriqués par AM. Dans ces cas, les pièces destinées à l'utilisateur final peuvent être directement fabriquées via les données tomographiques sur les patients [116-123]. L'architecture, le développement urbain et les bijoux sont d'autres domaines d'intérêt commercial [105].



**Figure II.4. Revenus mondiaux des produits et services AM  
entre 1995 et 2016[124]**



**Figure II-5. Revenus mondiaux des ventes de matériel AM entre 2000 et 2016[124, 125]**

### **II.2.3. Défis dans le développement de procédés et de matériaux pour Impression 3D et fabrication additive sur mesure**

Avec l'utilisation de plus en plus répandue de la matière active dans des applications de plus en plus complexes, les paramètres du processus de fabrication et les performances de l'objet fini sont de plus en plus sollicités [125]. C'est en réponse à ces problèmes que la majorité des nouveaux développements sur le terrain sont survenus. Les problèmes les plus graves sont les suivants.

#### **II.2.3.1. Vitesse de fabrication**

Le terme prototypage rapide, qui est couramment utilisé comme synonyme de AM, peut être quelque peu trompeur en ce qui concerne la vitesse de fabrication. Bien que les processus AM facilitent un développement de produit beaucoup plus rapide en réduisant le temps nécessaire à la validation des conceptions et en permettant la production de prototypes fonctionnels dès les premières étapes de développement, la technologie AM est encore lente par rapport aux technologies de production de masse telles que le moulage par injection. Jusqu'à présent, cela était acceptable dans une multitude d'applications, telles que la fabrication sur mesure, qui tirent parti de la flexibilité des processus AM. Néanmoins, la lutte pour élargir le champ d'application à l'avenir a été un facteur de motivation essentiel pour les activités de recherche, allant des procédures de planification de trajectoire avancée

pour SLA dans les années 90 au développement de la production d'interface liquide continue (CLIP) en 2015 par De Simone et al. [126, 127].

#### **II.2.3.2. Propriétés mécaniques.**

À mesure que l'application de l'AM évolue du prototypage (visuel) à la fabrication de pièces pour utilisateurs finaux, la fonctionnalité de ces pièces devrait égaler ou surpasser les performances des produits fabriqués à l'aide de technologies soustractives et formatives. Malgré de nombreuses activités de recherche, les produits fabriqués par AM sont souvent inférieurs en propriétés mécaniques. En fonction du procédé spécifique utilisé, cette faiblesse peut être due à un choix limité de matériaux adaptés à un procédé (par exemple, des oligomères photodurcissables à fonction vinyle ou époxy pour la photopolymérisation dans le cas du SLA) [128] ou à un problème inévitable de porosité des pièces dérivées de la fusion ou du matériau en poudre par extrusion.[129, 130 ]. De plus, en raison du processus de production en couches, les propriétés mécaniques des pièces ont tendance à être anisotropes, la frontière entre les couches adjacentes représentant des régions faibles avec des contraintes résiduelles maximales dans les applications où l'intégrité mécanique est une préoccupation majeure [131]. Kotlinski a fourni une analyse approfondie des propriétés mécaniques des matériaux et techniques AM commerciaux et a révélé que l'anisotropie était la pire pour LOM et la moins critique avec SLS [132]. Les propriétés mécaniques et l'anisotropie pour le FDM étaient fortement dépendantes des paramètres du matériau et du procédé [133]. L'amélioration des propriétés mécaniques des objets formés en AM est un domaine de recherche actif, où le développement et l'application des matériaux composites peuvent fournir des solutions uniques.

#### **II.2.3.3. Résolution**

La résolution spatiale est une autre préoccupation majeure, influencée à la fois par la technique AM spécifique et par le matériau traité. Une résolution insuffisante peut avoir une influence considérable sur la qualité et la fonctionnalité d'un objet. Alors que l'objet formé est censé avoir une haute-fidélité avec l'objet virtuel CAO, les limitations de la technique et du matériau de fabrication signifient qu'un certain degré de dimensionnement des imprécisions sont à prévoir. Les exigences de résolution définies par les applications avancées d'AM ont déclenché de nombreuses recherches dans les domaines de l'ingénierie

et la science des matériaux. En prenant comme exemple la photopolymérisation en cuve, les paramètres de matériau régissant la résolution incluent les caractéristiques d'absorption et de durcissement du matériau respectif. Tous deux dépendent fortement des monomères utilisés ainsi que de la présence d'initiateur et d'inhibiteur. Lorsque l'initiateur induit une photo réticulation et donc une solidification au sein de régions irradiées, l'inhibiteur provoque une terminaison des régions situées entre la limite et l'obscurité [134]. Les paramètres de processus influençant la résolution x-y des techniques de photopolymérisation en cuve comprennent la résolution minimale de la source de lumière utilisée et les voies de planification des opérations pour les processus basés sur le balayage laser. La résolution dans la direction z décrite par l'épaisseur de couche minimale dépend de la précision du moteur pas à pas qui exploite le lit d'impression et de l'efficacité du processus de recouvrement (qui dépend de la viscosité de la photo résine). Ce n'est que très récemment que la nouvelle technologie de production d'interfaces liquides continues (CLIP) de 3D carbone a permis de remédier à cet inconvénient en éliminant la nécessité d'un traitement pas à pas [135]. Des considérations similaires doivent être prises en compte pour d'autres procédés AM, par exemple, les épaisseurs minimales de brins tolérables dans les procédés d'extrusion de matériaux, qui dépendent des propriétés rhéologiques des matériaux traités, ou la taille minimale des particules de poudre dans la fusion au lit de poudre et la liaison de poudre.

#### **II.2.3.4 Pièces Multi matériaux**

AM est principalement utilisé pour les prototypes et les modèles, où la possibilité d'imprimer en plusieurs couleurs est intéressante pour des raisons esthétiques et de démonstration. Les imprimantes 3D multicolores commerciales sont de plus en plus courantes, avec des imprimantes FDM d'entrée de gamme dont le prix commence à moins de 1 000 USD [136]. Ces imprimantes utilisent des filaments de couleurs différentes du même matériau (généralement du PLA ou de l'ABS). En comparaison, le traitement de deux ou plusieurs matériaux différents au sein d'un même travail d'impression est plus compliqué en raison des différences de réactivité au niveau du comportement thermique et rhéologique, et en raison d'incompatibilités causées par les matériaux eux-mêmes ou par les différentes techniques utilisées pour les traiter [137]. Presque toutes les techniques AM ont été modifiées sous une forme permettant l'utilisation de matériaux multi matériaux AM



(MMAM), mais seules quelques-unes d'entre elles ont effectivement été commercialisées. Le MMAM est possible par photopolymérisation de cuve en utilisant plusieurs cuves et en transférant l'objet entre les cuves pendant la construction [138, 139]. Le MMAM sur lit de poudre a également été démontré. Un matériau en poudre est échangé contre un autre pendant la construction [140]. Les techniques sont limitées, mais en raison de problèmes de contamination, du transfert lent d'un matériau à un autre et, plus fondamentalement, du fait que l'échange de matériau n'est possible qu'entre couches (multi matériel 1D) et non à l'intérieur de couches (multi matériau 3D). La technologie MMAM basée sur la technologie de chute sur demande (DOD) permet, en comparaison, un échange rapide entre les matériaux de construction à chaque point 1D d'un travail d'impression 3D [141]. Cette technique est également limitée en raison de la fenêtre de traitement étroite de l'actionneur à jet d'encre. Espoir est offert par les systèmes de jetting multi-actionneurs, qui permettent l'impression de matériaux avec différentes viscosités et propriétés électriques. Pour construire des objets autonomes de deux matériaux fondamentalement différents (c.-à-d. métaux et polymères), l'impression 3D multiprocessus utilise un robot pour transférer l'objet entre deux ou plusieurs machines AM différentes au cours de la fabrication [142]. MMAM joue un rôle important dans l'AM pour la bio impression et les applications en médecine et dans les sciences de vie.

#### **II.2.3.5. Biocompatibilité et autres préoccupations pour Applications médicales.**

L'une des applications les plus prometteuses de l'AM concerne la médecine personnalisée, dans laquelle des images tomographiques (issues de rayons X, d'IRM, etc.) peuvent être utilisées pour imprimer des objets profilés spécifiquement pour le patient. L'AM est utilisé dans la planification chirurgicale, la construction de prothèses, la dentisterie et le génie tissulaire. L'utilisation d'AM pour la construction de greffes de tissus et autres implants chirurgicaux est un domaine de recherche intense, où une attention particulière est accordée à la fois au matériau de construction et à la technique AM elle-même. Par exemple, les acrylates, qui sont utilisés dans toutes les méthodes AM lithographiques (SLA, Polyjet), sont cytotoxiques mais peuvent être remplacés par des méthacrylates. Le PLA, l'un des matériaux les plus couramment utilisés pour le FDM, est également approuvé pour l'implantation humaine mais ses propriétés mécaniques sont médiocres. De plus, le FDM

est un processus d'extrusion à l'état fondu et ne permet pas l'incorporation de cellules vivantes ou de facteurs de croissance.

Bioplotting est une méthode polyvalente de AM à température ambiante, qui permet de traiter les hydrogels avec cellules et facteurs de croissance [105].

Les chapitres qui suivent dans cette revue de littérature décrivent en profondeur le processus d'extrusion de matériau (processus incluant la modélisation par dépôt fondu (FDM), la fabrication de filaments fondus (FFF) qui sont utilisés pour l'impression 3D des matériaux de cette thèse) en penchant sur les matériaux utilisés, leurs avantages, inconvénients. Un chapitre parle aussi brièvement de l'impression 4D qui peut être une alternative aux matériaux utilisés dans cette thèse.

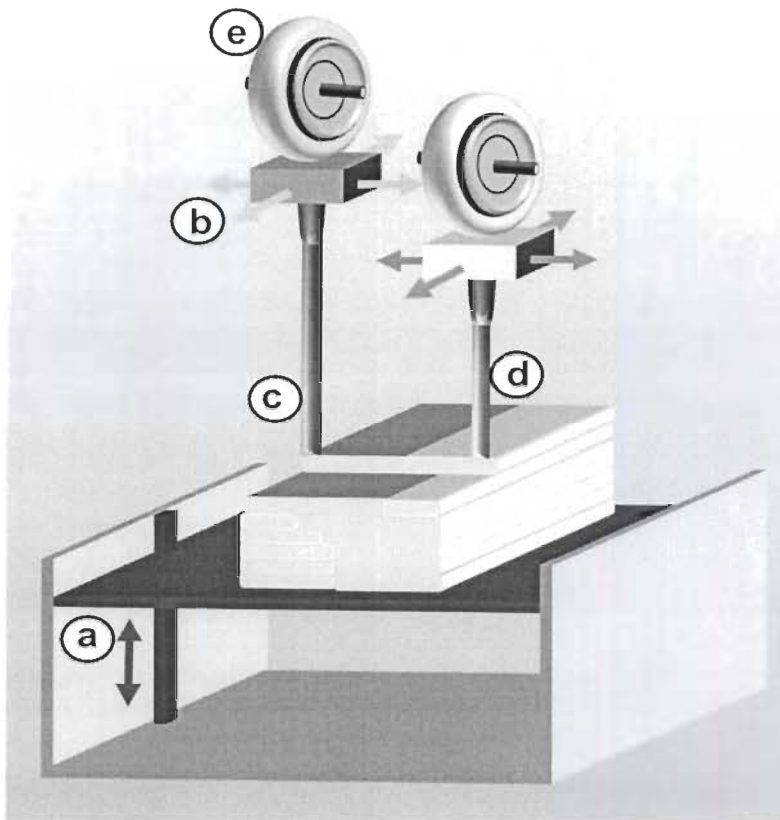
## **II.2.4. Extrusion de matériaux 3D**

### **II.2.4.1. Généralités sur l'extrusion de matériaux 3D**

L'AM basé sur l'extrusion est un dépôt contrôlé par ordinateur couche par couche de polymères, pâtes, solutions de polymères et dispersions fondus et semi-fondus, à travers une buse ou un orifice mobile servant de tête d'impression par extrusion[143]. Il comprend plusieurs techniques telles le FDM (Fused Deposition Modeling), fabrication de filaments fondus alias (FFF), distribution 3D, micro-extrusion 3D, extrusion de microfibres 3D, dépôt de fibres 3D, dosage et dépôt de fluide et traçage 3D. Après l'achèvement d'une couche unique, la tête d'extrusion monte ou le lit d'impression s'abaisse pour permettre le dépôt de la couche suivante (figure II-6). Une excellente adhésion interfaciale et un enchevêtrement de polymère non perturbé sont impératifs pour la fabrication d'objets non poreux ayant des propriétés mécaniques similaires à celles des objets produits par extrusion classique. En 1989, Scott Crump a inventé et breveté la FDM et a créé peu après la société Stratasys, qui commercialisait les premiers imprimantes 3D FDM [144]. La marque FDM étant une marque déposée de Stratasys, le terme équivalent « fabrication de filaments fondus » est couramment utilisé. FDM comprend l'extrusion 3D de polymères thermoplastiques, qui sont introduits mécaniquement sous forme de minces filaments (1,75 et 3,0 mm sont les plus courants) à partir d'une bobine dans la tête d'impression par extrusion. L'extrudeuse est chauffée à une température de traitement appropriée pour le

polymère utilisé qui est supérieure à la température de fusion pour les polymères semi-cristallins ou au-dessus de la température de transition vitreuse pour les polymères amorphes. FDM est une plate-forme technologique assez robuste; elle est actuellement exploitée par des milliers de groupes dans le monde entier pour développer des imprimantes 3D personnalisées et économiques, utiles dans les environnements de bureau et à la maison [145]. Depuis le début des années 2000, le FDM était la technique la plus couramment utilisée dans le monde entier [146]. Alors que FDM se limite à l'extrusion de thermoplastiques à température élevée, la (micro) extrusion 3D permet le dépôt 3D de nombreuses autres catégories de matériaux, notamment les thermodurcissables, les caoutchoucs, les polyuréthanes, les silicones, les pâtes organiques et inorganiques, le latex polymère, les plastisols, les biomatériaux, hydrogels, divers polymères fonctionnels et même des ingrédients biologiquement actifs et des cellules vivantes[147]. Avec la distribution en 3D, la solidification du polymère est obtenue par différents processus physiques et chimiques. Cela élargit considérablement la gamme de matériaux utilisables pour le procédé AM basé sur l'extrusion et permet même le traitement de systèmes de matériaux multifonctionnels complexes. Alors que la solidification dans le FDM repose principalement sur la cristallisation des polymères et l'enchevêtrement de chaînes, la distribution 3D utilise d'autres phénomènes, notamment la réticulation réversible et irréversible. De ce fait, des réseaux de polymères sont formés à la fois par la formation de liaisons covalentes et ioniques ainsi que par des assemblages supramoléculaires impliquant des ponts hydrogène ou la coordination de sels métalliques. Contrairement aux processus SLA, et de jet de matériaux avec leurs fenêtres de traitement et leurs gammes de formulation plutôt étroites, le processus de micro-extrusion 3D tolère une plus grande variété de matériaux, qui peuvent également être combinés entre eux au moyen de plusieurs distributeurs. Ceci est particulièrement avantageux en ce qui concerne le traitement de matériaux biologiques (à savoir, les cellules vivantes, les facteurs de croissance), qui ne tolèrent pas les températures de traitement élevées et les monomères toxiques [149,150]. Malgré ces nombreux avantages, l'AM basé sur l'extrusion souffre d'une résolution spatiale limitée liée aux difficultés d'extrusion de brins de matériau de taille submicronique. Lorsque le diamètre du brin est réduit au domaine inférieur au micromètre, la vitesse de fabrication ralentit considérablement, empêchant ainsi la fabrication rapide de

grandes pièces. D'autre part, l'extrusion de brins de polymère de diamètre supérieur à 100  $\mu\text{m}$  est plus rapide mais nécessite un post-traitement pour obtenir des surfaces suffisamment lisses. On peut également utiliser la distribution multijet 3D de gouttelettes pour améliorer la vitesse de fabrication et permettre la distribution simultanée de différents matériaux, notamment des monomères et des prépolymères co-réactifs, exploitant ainsi les systèmes de résine utilisés dans le moulage par injection réactive, tels que les polyuréthanes.



**Figure II-6. FDM, Fused Deposition Modeling inventé par Scott Crump at Stratasys, Inc. [105]**

(a) lit d'impression déplaçable verticalement, et (b) une tête d'impression par extrusion trempée pour le dépôt de (c) modèle et (d) du matériau de support stocké dans (e) des matières premières contenant des filaments de thermoplastique enroulé sur une bobine.

#### **2.2.4.2. Dépôt de fil fondu (Fused Deposition Modeling, FDM)**

Plusieurs revues ont porté sur le champ d'application de la FDM (FFF), ainsi que sur le rôle de la conception des matériaux et de l'optimisation des processus [151-154]. Comme le montre schématiquement la figure II-19, les filaments de polymère des thermoplastiques des deux, modèles et supports sont alimentés dans la tête d'impression chauffée par extrusion permettant la distribution 3D du polymère fondu obtenu. Les filaments FDM commerciaux sont produits par fusion extrusion d'un polymère thermoplastique matrice mélangé avec des charges, des fibres, des colorants et d'autres additifs polymères. Pour un filament particulier, un bon équilibre entre la rhéologie du polymère fondu, la température de traitement, la vitesse de fabrication et les paramètres de forme de la CAO est essentiel au succès du processus de fabrication. Cela explique la fenêtre de traitement plutôt étroite typique à de nombreux instruments FDM. De préférence, le filament de polymère est traité à l'état fondu légèrement au-dessus de la température de fusion du polymère. La fusion incomplète des brins déposés avec la couche de polymère adjacente correspondante signifie qu'une faible adhérence de surface macroscopique (plutôt qu'un enchevêtrement de polymère comme avec les plastiques en vrac) dictera et limitera considérablement les propriétés mécaniques dans le sens de fabrication. L'utilisation de thermoplastiques solubles dans l'eau a été proposée pour les structures de support temporaires, qui peuvent être facilement éliminées par immersion dans l'eau lors du post-traitement [155]. De nombreux chercheurs ont examiné les effets des paramètres du processus d'extrusion tels que les vitesses de distribution 3D et d'alimentation en filament, la pression et gradients de température, conception des buses, gonflement de la matrice, viscosité à l'état fondu, amincissement par cisaillement induit par des distributions de masse molaire et une ramification à longue chaîne adaptées, taux de cristallisation, adjonction de stabilisants et d'autres additifs, planification de trajectoire et orientation des pièces, toutes visant à améliorer l'état de surface, précision des dimensions [156-164], des propriétés mécaniques de et efficacité du procédé. Les paramètres moléculaires et de traitement ainsi que les additifs doivent être optimisés pour les systèmes de polymères individuels, y compris les thermoplastiques tels que le polyamide, l'ABS, le PLA et le polypropylène et des élastomères tels que les polyéther esters. FDM est une plate-forme technologique flexible. Cette technique a favorisé le développement réussi de la technologie AM à open source.

#### **2.2.4.3. Exigences relatives au matériau du filament**

Les matériaux de filament utilisés dans ME-AM doivent remplir certaines exigences afin d'être parfaitement traitables. Le filament doit être un thermoplastique qui peut être extrudé dans un certain diamètre et une certaine tolérance d'ovalité afin d'être imprimable en trois dimensions (3D) à un débit constant dans le temps [53, 165, 166]. De plus, le filament doit être rigide mais flexible suffisamment pour que le filament puisse être enroulé pendant la production de filament et desséché pendant l'impression [167, 168]. Il a été suggéré que le filament devrait révéler une tension minimale d'environ 5% afin que le filament puisse être enroulé et déroulé en continu, peut être un facteur difficile pour les composites qui contiennent des pourcentages élevés de charges. L'ajout de petites quantités de polymères amorphes comme le poly (chlorure de vinyle), [169] polycarbonate (PC), [170-262] ou polyoléfinés amorphes [168, 171, 172] aux composites à base de PP peut fournir une solution car il augmente la contrainte. Pour un transport fiable à travers les roues motrices, le filament doit conserver sa forme, résister aux forces de frottement des roues motrices et résister au flambage entre les roues motrices et le liquéfacteur. Cela ne peut être garanti que tant qu'une résistance et une rigidité suffisantes du filament soient données [168, 173]. À son tour, pour les matériaux multi composants, une forte adhérence charge-matrice est une condition préalable à une résistance et une rigidité élevée du filament. Pour que le matériau se dépose de manière contrôlée sans égouttement, la viscosité du matériau filamentaire ne doit pas être trop basse. Parallèlement, si la viscosité est élevée, le filament doit révéler une résistance et une rigidité améliorées pour pouvoir passer à travers la buse [168]. Cependant, des viscosités élevées peuvent être contrées par augmentation des températures de la buse [174-176] ou en mettant en œuvre du matériel supplémentaire comme un transducteur à ultrasons au niveau de la buse [177], ce qui facilite la distribution de la matière fondue. Par conséquent, une distribution de charge homogène à l'intérieur du filament est suffisante pour un processus fiable. Pour les thermoplastiques semi-cristallins, les filaments avec un faible degré de cristallinité et une vitesse de cristallisation lente sont préférés, car la tendance du matériau à se rétracter et à se déformer est donc largement réduite [178].

Simultanément, la dilatation thermique est diminuée, ce qui donne une pièce imprimée en 3D dimensionnellement plus précise. Les pièces produites par ME-AM sont construites sur

une plate-forme de construction ou le plateau ou le lit d'impression. L'adhérence entre la première couche déposée et le lit d'impression détermine le succès de l'impression [179]. Par conséquent, chaque matériau de filament a besoin d'un lit d'impression appropriée. Si l'adhérence est trop faible, le dépôt de matériau se détache de la plate-forme [180]. Par conséquent, la production de la pièce finale ne peut pas se poursuivre sans problème. Si l'adhérence est trop bonne, en particulier à température ambiante, le produit final ne peut pas être retiré du lit sans endommager la pièce, le lit ou les deux [181]. Dans un processus idéal, la pièce est traitée avec une forte adhérence entre la première couche et le lit, contrôlable, par exemple, par la température du lit, tandis que le retrait de la pièce est effectué dans un état de faible adhérence [182]. Le type de matériau du lit et les paramètres de processus correspondants dépendent fortement du filament du matériaux utilisés[53].

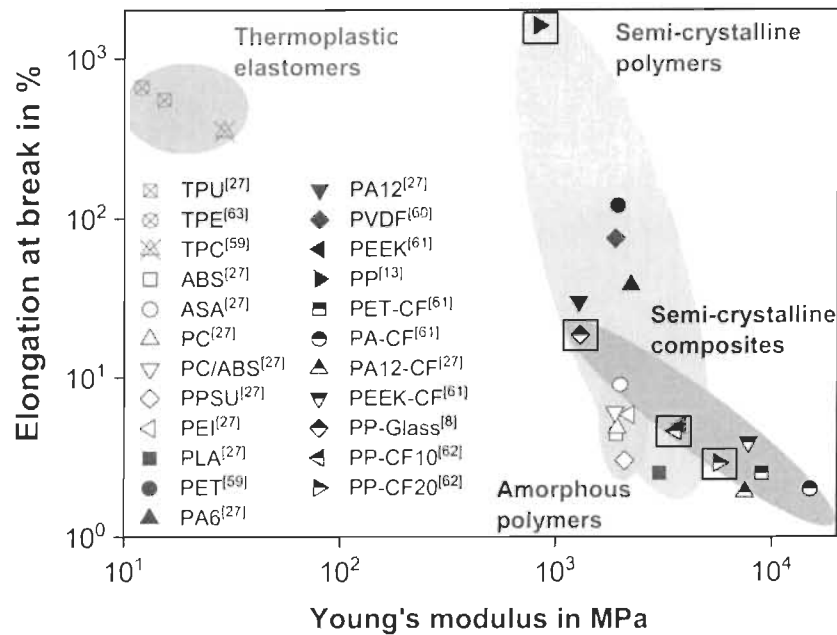
#### **II.2.4.4. Matériaux utilisés dans ME-AM**

Contrairement aux techniques d'AM à base de photopolymérisation et de poudre, ME-AM permet d'utiliser une large gamme de thermoplastiques disponibles dans le commerce en bobines, qui satisfont à presque toutes les exigences en matière de matériaux discutées ci-dessus et sont à un prix modéré par rapport aux autres techniques d'AM [183, 184]. Jusqu'en 2012, les matériaux pour ME-AM, en particulier ceux pour les imprimantes 3D à bas prix, étaient principalement limités au poly (acide lactique) (PLA) et à l'acrylonitrile butadiène styrène (ABS) [185] en raison de leur facilité de mise en œuvre à la fois en termes d'extrusion de filaments et de ME-AM. Jusqu'à présent, ces deux matériaux sont toujours les meilleurs vendeurs du portefeuille de matériaux ME-AM et sont deux des rares matériaux qui peuvent être traités presque sans distorsion. Récemment, les alternatives de matériaux ont considérablement augmenté [185], conduisant à une variété de thermoplastiques disponibles dans le commerce. La figure I-1 résume la disponibilité actuelle des types de polymères les plus importants sous forme de filaments pour ME-AM, dans laquelle les informations sur la disponibilité commerciale sont basées sur les références [185-190]. De nombreux types de polymères (affichés en orange sur la figure 1-1) ont déjà été commercialisés, comme l'industrie et les chercheurs l'ont souligné en élargissant le portefeuille de matériaux pour ME-AM [191]. Outre le PLA et l'ABS, en particulier le poly (téréphtalate d'éthylène) et le PC peuvent de nos jours être déjà déclarés

comme matériau ME-AM standard [185]. La plupart des autres matériaux, même ceux qui sont disponibles dans le commerce, ne peuvent cependant pas toujours être utilisés sans problème, nécessitent une grande expérience pratique et, par conséquent, ont encore besoin d'améliorations en termes de processabilité des pièces, de stabilité et de précision, comme cela a été montré pour divers types de filaments étudiés [180, 192-197]. L'évolution de la croissance des études scientifiques (affichées en violet sur la figure I-1) sur le polystyrène (PS), [198] poly (éther sulfone), [199] poly (butylène téréphtalate), [200, 201] et autres polyesters, [202-294] ainsi que la poly ( $\epsilon$ -caprolactone) [203-208] représentent l'envie croissante d'élargir le portefeuille de matières. Le fait que même des matériaux de niche, tels que les polymères à base de plantes, [209] biopolymères, [210] élastomères de silicone, [211] recyclés des polymères, [211-213] ou des polymères hautement chargés pour la production de métaux / céramiques, [214,215] ont été étudiés pour une utilisation dans ME-AM confirme la croissance rapide souhaitée dans la variété de matériaux du procédé. Néanmoins, l'utilité de ces nouveaux matériaux pour MEAM en tant que matériau utilisable et fiable au quotidien, comme le PLA ou l'ABS, sera déterminée à l'avenir. On peut déduire de la figure I-1 qu'en particulier une grande proportion des polymères amorphes sont largement commercialisés. Le principal facteur de succès en termes de ME-AM est leur faible coefficient de dilatation thermique, ce qui facilite leur processabilité, notamment en termes de rétrécissement, déformation et distorsion. Cependant, la plupart des filaments amorphes révèlent une faible ténacité, une petite plage de températures de traitement et une résistance chimique très faible [216]. À l'inverse, la figure I-1 montre que seule une quantité limitée de thermoplastiques semi-cristallins est disponible à la vente ou est sous enquête scientifique. En particulier les polymères avec un haut degré de cristallinité (> 40%), tels que les plastiques semi-cristallins de base, à savoir le polyéthylène basse densité (LDPE), le LDPE linéaire, le polyéthylène haute densité (HDPE), l' UHMWPE et le PP, les homopolymères de polyoxyméthylène, le polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou certains types de polyamide semblent être particulièrement difficiles à traiter au moyen de ME-AM. Bien que ces matériaux possèdent des propriétés exceptionnelles et uniques [217] leur application dans ME-AM n'a pas encore été approfondie et étudiée dans la littérature. La figure II-7 représente l'équilibre ductilité / rigidité de différents types de filaments disponibles dans le commerce ainsi que des matériaux d'impression 3D à base de PP issus



de la littérature. Les polymères amorphes peuvent être faciles à traiter, mais leurs propriétés mécaniques sont limitées à une petite ténacité (allongement à la rupture entre 3 et 9%) et une rigidité (module d'Young entre 1900 et 2400 MPa). Les thermoplastiques semi-cristallins, cependant, révèlent une gamme de ténacité et de rigidité beaucoup plus large. Leur module d'Young peut s'étirer entre 800 et 4000 MPa et leur allongement à la rupture entre 2,5 et 1600%, par exemple pour les polyoléfines,[168,173] surpassant même les élastomères thermoplastiques très souples qui sont actuellement commercialisés pour ME-AM. Si des charges sont introduites dans des polymères semi-cristallins (appelés composites semi-cristallins sur la figure 3), leur rigidité peut être considérablement améliorée (par exemple, jusqu'à 15 000 MPa pour le PA rempli de fibres de carbone [CF]), dépassant celle des polymères amorphes, tandis que leur ténacité reste dans une plage comparable à celle des polymères amorphes. Par conséquent, les polymères semi-cristallins, en particulier lorsqu'ils sont remplis, possèdent un grand potentiel en termes de propriétés mécaniques pour l'utilisation en tant que filaments dans l'AM à base d'extrusion. En particulier, le PP révèle une élasticité exceptionnelle et incommensurable par rapport à tous les autres thermoplastiques semi-cristallins. Par conséquent, les composites à base de PP présentent un potentiel pour une très large gamme d'applications en termes de performances mécaniques. Si le prix de la matière première est pris en considération, les composites à base de PP révèlent clairement les propriétés les plus prometteuses. Par conséquent, cette classe de matériaux pourrait faire l'objet de futures commercialisations.



**Figure II-7. Allongement à la rupture en fonction du module de Young pour les matériaux ME-AM disponibles dans le commerce qui sont subdivisés en élastomères thermoplastiques, polymères amorphes et semi-cristallins et composites semi-cristallins [53]**

Les matériaux à base de PP scientifiquement disponibles sont mis en évidence par des rectangles noirs. Les propriétés mécaniques sont basées sur les informations techniques fournies par les fournisseurs de matériaux respectifs et publications scientifiques [168, 173, 218-221, 53].

#### **II.2.4.5. Distribution 3D ou 3D Dispensing (3D Plotting, micro-extrusion 3D et Dépôt de fibres 3D)**

##### **II.2.4.5.1. Processus**

En 2000, inspirés par le positionnement spatial des lignes de liaison adhésives par la distribution de hotmelts ainsi que par d'autres adhésifs à un ou deux composants, Mülhaupt et Landers du Centre de recherche sur les matériaux de Fribourg ont développé une méthode de 3D Dispensing D (3D Plotting et micro-extrusion 3D). La distribution 3D devint peu après la base du processus de bio transfert 3D et de la machine de bioplotter 3D commercialisée par Envisiontec Inc. I en 2002 [222, 223]. Dans ce processus de distribution 3D illustré à la figure II-8, la tête d'impression par extrusion comprend une

buse et une cartouche. Il est déplacé horizontalement et verticalement en fonction des données CAO. Contrairement aux procédés de jet de liant et de jet de matériau, aucune tête d'impression piézoélectrique ou thermique n'est requise car la distribution 3D est contrôlée pneumatiquement en faisant varier la pression de l'air. Ceci offre des avantages considérables en termes de réduction des coûts et de facilité de maintenance grâce au remplacement facile des buses bouchées. En principe, le processus de distribution 3D englobe une variété de modes différents pouvant induire la solidification du matériau dispersé. Cela comprend (1) la solidification par des processus physiques tels que la cristallisation et la transition vitreuse des thermoplastiques, la coagulation des dispersions de polymères, le séchage et la précipitation de solutions de polymères; (2) la solidification au moyen de réactions chimiques comprenant la réticulation de thermodurcissables et de prépolymères réactifs, ainsi que la formation d'ionomères et de complexes de poly électrolytes; et (3) l'impression 3D dans des supports liquides permettant l'impression en gravité zéro, l'impression réactive ou le bio transfert 3D, respectivement [105].

Le mode (1) diffère du mode FDM car aucun filament de thermoplastique n'est requis. Semblable à la distribution de fonte à chaud dans les industries des adhésifs, des cartouches remplies de polymère sont insérées dans la tête d'impression et chauffées pour distribuer le polymère fondu. De préférence, pour permettre l'extrusion 3D du polymère fondu, le poids moléculaire du thermoplastique utilisé (polyamides, polyoléfines, polyesters, ABS et une variété d'autres thermoplastiques techniques et élastomères thermoplastiques) sera inférieur à celui typique de la plupart des processus de formage. En mode (1), les solutions et les dispersions de polymères sont facilement distribuées en 3D couche par couche en utilisant soit l'extrusion, soit la technologie de goutte à la demande, ou pulvérisation. Une large gamme de matériaux de construction peut être utilisée, notamment des dispersions acryliques, des solutions de polymères linéaires et hautement ramifiés, notamment de la cellulose, de l'amidon, du chitosan et des poly électrolytes, ainsi que des polymères hydrosolubles et des sols inorganiques à base de silicates et de bentonites. De plus, des pâtes de particules inorganiques telles que des métaux par exemple le titane et des céramiques telles que les phosphates de calcium, les silicates et les oxydes métalliques peuvent être imprimées avec des liants polymères pour produire des pièces qui sont frittées après avoir brûlé les liants polymères lors du post-traitement [224].

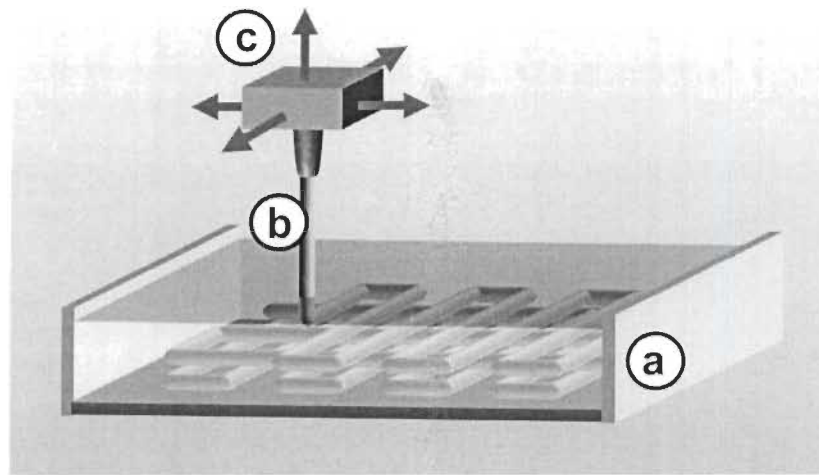
En mode (2), une grande variété de résines thermodurcissables telles que des époxydes polyfonctionnels, des acryliques, des silicones et des polyuréthanes sont imprimées au moyen d'une distribution à un ou deux composants similaires aux systèmes utilisés dans les industries des adhésifs, des revêtements et des mastics. En fait, les formulations de polyuréthane utilisées dans les applications de moulage par injection réactive, de revêtement et d'adhésif peuvent être modifiées et mises en œuvre dans ce processus de distribution en 3D [225]. Les vitesses de réticulation et de solidification doivent être soigneusement adaptées à la vitesse de fabrication pour assurer l'inter diffusion du polymère et la formation de défauts de réseaux de polymères libres.

Dans le mode (3), les polymères sont distribués dans un liquide. Cela offre des perspectives de solidification attrayantes sans nécessiter de structures de support de construction ni de post-traitement. L'adéquation des densités du support d'impression et du support liquide permet de compenser le poids du support par des forces de poussée selon le principe d'Archimède, empêchant ainsi l'écoulement induit par la gravité avant la solidification. Ce procédé de distribution 3D en apesanteur a été mis au point pour éviter tout affaissement structurel, ce qui est particulièrement problématique pour l'impression 3D d'objets mous tels que des hydrogels [226]. Dans le cas d'une distribution 3D dans de l'eau, du sel peut être ajouté pour augmenter la densité. La distribution 3D dans un milieu liquide offre un autre avantage car elle permet une distribution 3D réactive. Ainsi, des initiateurs, des activateurs, des résines coréactives, des agents de durcissement ou des sels métalliques, respectivement, sont ajoutés au support liquide, provoquant une solidification par des réactions chimiques se produisant immédiatement après le contact du support liquide avec les matériaux imprimés.

#### **II.2.2.4.5.2. Matériaux et systèmes.**

Comme indiqué ci-dessus, contrairement à d'autres procédés AM, la distribution 3D est extrêmement polyvalente en ce qui concerne son choix extrêmement vaste de matériaux allant des polymères aux céramiques et aux métaux. Il permet la distribution 3D de masses et solutions de polymères, latex de polymères, élastomères thermoplastiques, précurseurs de céramique, ciments, pâtes de particules inorganiques et organiques, élastomères thermoplastiques, biopolymères, résines réactives, caoutchoucs liquides et même hydrogels et poly électrolytes. La multidistribution utilisant soit plusieurs distributeurs 3D,

des distributeurs à deux composants, soit une combinaison de distribution pneumatique et piézoélectrique associée à un tracé réactif permet de fabriquer des objets autoportants à partir d'une grande variété de matériaux différents. La distribution 3D en milieu aqueux permet l'impression 3D et le positionnement 3D de produits biologiquement actifs des ingrédients tels que des facteurs de croissance et même des cellules vivantes. Cette technologie AM offre de grandes perspectives pour la fabrication de matériaux et de (bio) systèmes fonctionnels avancés. Contrairement à la technologie FDM, qui fonctionne à température élevée, la distribution 3D peut être utilisée pour des cellules viables et d'autres ingrédients bioactifs sensibles. La distribution 3D est applicable à une grande variété de pâtes de particules métalliques et inorganiques contenant des liants polymères, qui permettent la fabrication par CAO / FAO de pièces vertes. Lors du traitement thermique, ces pièces fournissent des métaux et des céramiques denses et poreux pouvant potentiellement être utilisés pour des implants spécifiques au patient. Par ailleurs, le bio transfert 3D peut utiliser une grande variété de polymères et de biopolymères synthétiques, notamment des hydrogels à base de collagène, d'alginate et d'agar, ainsi que des systèmes aliphatiques thermoplastiques résorbables tels que les systèmes PLA, PLGA, PCL et à deux composants à base de chitosane et de fibrine pour fabriquer des échafaudages mous et durs pour la médecine régénérative. À la suite des avancées pionnières d'EnvisionTEC, plusieurs autres extrusions commerciales à base unique et multi matériaux des procédés AM sont maintenant disponibles dans le commerce pour des applications en bio printing [105].



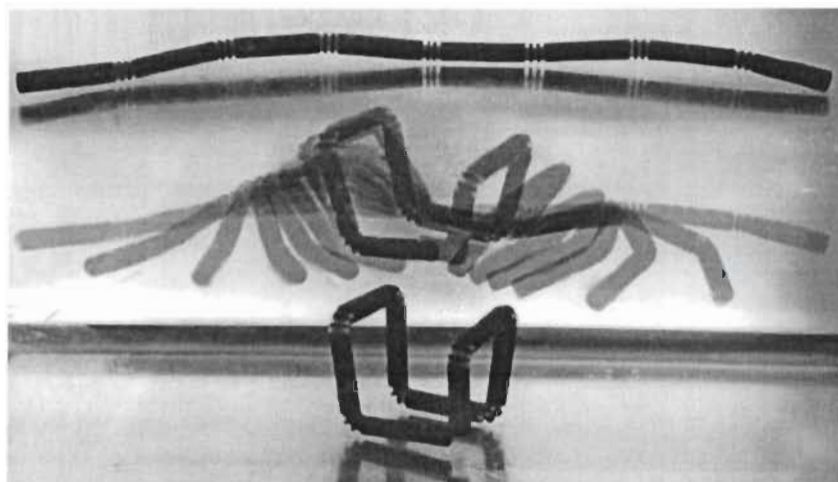
**Figure II-8. 3D micro-extrusion Alias 3D Distribution 3D Plotting [105]**

a) lit d'impression dans l'air ou immergée dans un liquide, et(b) une buse de distribution fixée à une (c) tête d'extrusion mobile 3D, qui peut être chauffée [105]

#### **II.2.5. IMPRESSION 4D**

Les objets classiques imprimés en 3D conservent les mêmes formes et propriétés pendant toute la durée de vie du produit. En contraste, l'impression 4D développée par Skylar Tibbits au Self-Assembly Lab du MIT en collaboration avec Stratasys, Inc., utilise le temps comme quatrième dimension pour les structures «intelligentes» fabriquées en 3D, qui changent de forme avec le temps dans des modes prédéfinis et programmables en réagissant aux stimuli externes tels que l'eau, la température, le toucher, le cisaillement, le pH, la lumière et d'autres rayonnements électromagnétiques [227-229]. Ce comportement réactif aux stimuli, programmable à l'aide de la CAO et du choix approprié de supports d'impression, élargit la gamme de matériaux intelligents conventionnels, alliages à mémoire de forme et de systèmes de matériaux multifonctionnels. La figure II-9 illustre une transformation programmée de la forme sous l'eau réalisée en intégrant différents matériaux dans le processus d'impression 4D. Un matériau reste rigide indépendamment de la présence d'eau, tandis que l'autre (un hydrogel) subit une expansion de volume importante (> 200%) par gonflement dans l'eau. En plaçant de manière stratégique les matériaux en expansion au moyen d'une impression 4D, il est possible de fabriquer des

joints sensibles à l'eau qui se transforment par contact dans l'une des nombreuses formes programmées par CAO [230]. Le couplage des technologies AM avec des polymères sensibles au stimulus offre une programmabilité sans précédent des formes passives et transformations de propriété. Des applications de l'impression 4D dans la robotique douce, les textiles intelligents, l'administration de médicaments et la médecine régénérative sont envisagées [231,232]. Les systèmes de matériaux programmés sensibles aux stimuli offrent une alternative aux dispositifs électromécaniques complexes. Plusieurs revues traitent de la biotypie 4D de structures biologiques à motifs 3D dynamiques, d'hydrogels et de dispositifs exploitant des transformations de forme sensibles aux stimuli [231-236]. Des matériaux hygroscopiques imprimés 4D tels que le bois perçoivent et se transforment avec précision en réagissant aux changements de l'environnement [237,238]. L'impression 4D a été utilisée pour permettre l'origami actif dans lequel une feuille plate se plie automatiquement en formes complexes [239]. La forme originale de la plaque plate peut ensuite être récupérée thermiquement. En outre, l'impression 4D de fibres polymères vitrocéramiques à mémoire de forme dans une matrice élastomère permet d'obtenir des formes profilées avec des courbures variables dans l'espace, des formes pliées, ainsi que des bandes torsadées, courbées et enroulées [240]. Le comportement non linéaire dépendant du temps et de la déformation, la stabilité de la forme et le taux de récupération libre ont été étudiés pour une méthode d'impression 4D à base de multi matériaux Figure II-26. Dans une avancée récente, l'impression 4D ultra-rapide ( $<30$  s) de polymères acryliques réactifs multidimensionnels tels que des hydrogels et des formes des polymères à mémoire ont été obtenus [241, 242]. De plus, les gels alginate / PNIPAM fabriqués par impression 4D ont été examinés en tant qu'actionneurs d'hydrogel stimulés thermiquement.



**Figure II-9. Transformation induite par l'eau d'un brin linéaire imprimé en 4D de deux polymères différents, qui s'assemblent automatiquement en un cube. Reproduit avec la permission de la référence [228]. Copyright 2014 Wiley and Sons**

## **II.2.6. Impression 3D et les Polyoléfines (Polyéthylène et polypropylène)**

### **II.2.6.1. Impression 3D et le polypropylène (PP)**

Le polypropylène (PP) est un thermoplastique dérivé du propène, qui est un sous-produit relativement peu coûteux du raffinage processus du pétrole. En plus d'être peu coûteux, le PP est un thermoplastique très polyvalent avec de nombreuses applications en raison de ses bonnes propriétés mécaniques et biologiques, de sa résistance chimique et de son inertie. Ces propriétés font du PP un bon candidat pour fabriquer des produits par des techniques de fabrication additive (AM), telles que l'AM à base d'extrusion de matériaux (ME-AM) et la fusion sur lit de poudre [243]. Cependant, en raison de la nature semi-cristalline du PP, il n'en est pas ainsi des échantillons faciles à obtenir avec une excellente précision géométrique, car les composants fabriqués ont tendance à rétrécir et à se déformer pendant le processus AM. De nombreuses équipes de recherche à travers le monde ont étudié les moyens d'améliorer la processabilité du PP pour les techniques AM, en particulier pour ME-AM [53].



#### II.2.6.1.1. Propriétés uniques de pp pour ME-AM

Le PP présente un large éventail de propriétés personnalisables, et il a été étudié en profondeur au cours des 70 dernières années. Au cours des dernières décennies, il a connu une forte croissance à la fois dans les études scientifiques, dans lesquelles le PP a souvent servi de thermoplastique standard pour expliquer de nouveaux phénomènes, ainsi que dans sa production et son utilisation, car il a le potentiel de remplacer les polymères techniques et les métaux. Pour le prix bas du PP (environ 1,2 € / kg), il offre des propriétés mécaniques satisfaisantes, telles qu'une résistance à la traction décente (25–40 MPa<sup>64</sup>) et un module d'Young (1300–1800 MPa), une ténacité élevée (allongement à la rupture > 50%), résistance aux chocs et à l'abrasion, en combinaison avec une faible densité d'environ 0,9 g cm<sup>-3</sup>[244] qui rend le PP particulièrement attractif pour ME-AM. Le PP étant un polymère facilement personnalisable, différentes approches existent pour améliorer / modifier ses propriétés mécaniques. Une variation du contenu et de la distribution de sa chaîne de régularité, de sa tacticité, de ses orientations ou sa longueur moyenne de chaîne conduit à une propriété très large qui peut être ajusté en fonction des besoins courants. En outre, le PP est connu pour être facilement modifié par l'ajout de co monomères tels que l'éthylène ou l'octane dans les chaînes polymères ou en incorporant des additifs tels que des charges, des modificateurs d'impact, des fibres ou d'autres polymères [245, 246]. De plus, sa non-toxicité, son applicabilité en tant que biologiquement inerte et son excellente résistance chimique contre divers réactifs font du PP un matériau exceptionnel pour le marché ME-AM, qui ne peut être atteint que par des polymères beaucoup plus chers tels que le poly (éther éther cétone). En particulier, la résistance chimique exceptionnelle du PP aux solvants polaires, aux acides non oxydants, aux alcalis aqueux et aux solutions aqueuses de sel crée de nouvelles possibilités pour ME-AM, car d'autres types de filaments disponibles dans le commerce sont considérablement moins résistants aux produits chimiques, ce qui a limité l'applicabilité des pièces par ME-AM [216, 247]. Toutes les polyoléfines, y compris le PP, révèlent intrinsèquement une très faible teneur en eau et l'absorption d'humidité. Par rapport aux matériaux standard ME-AM PLA et ABS, l'absorption d'eau du PP est inférieure de plus d'un ordre de grandeur [216]. Par conséquent, l'eau vaporisée ne peut pas compliquer le processus d'impression, ce qui entraîne moins de vides et une qualité de surface plus attrayante, la faible absorption d'humidité permet la

longévité des composants dans des applications exigeantes en milieu humide, ce qui ne serait pas possible pour les matériaux ME-AM conventionnels[248, 340]. Enfin, la faible absorption d'eau de PP réduit les coûts, car aucune étape de séchage supplémentaire avant l'impression n'est requise[216]. Ayant une température de transition vitreuse d'environ - 15 °C, [249] PP offre une bonne stabilité thermique entre 0 et 150° C. Comme il s'agit d'un polymère semi-cristallin, son point de fusion à 165 ° C limite sa température de service maximal, mais il est élevé par rapport à de nombreux autres matériaux ME-AM disponibles dans le commerce. De plus, les monomères constitutifs de ce polymère non polaire sont facilement disponibles, consolidant également sa position de matériau thermoplastique de pointe à l'avenir.

#### **II.2.6.1.2. Impression 3D de PP vierge par ME-AM**

Jagenteufel et al. a été l'un des premiers à reconnaître l'importance du PP en tant que matériau pour ME-AM [250]. Les auteurs ont comparé le matériau d'impression standard ABS au PP au moyen de mesures rhéologiques et d'expériences de gonflement sur des buses d'imprimante 3D. Il a été constaté que le PP pouvait être un matériau prometteur pour le ME-AM. Par rapport à l'ABS, le PP était plus stable dans le temps à des températures élevées, et révélait une rigidité à l'état fondu plus élevée. Cependant, les tests sur les pièces produites par ME-AM n'ont pas été effectués.

Plusieurs groupes de recherche individuels ont découvert que la première couche d'adhésion au lit d'impression est l'une des principales limites du processus de PP [179, 181]. Il a été constaté que le PP ne respecte pas la norme. Les substrats de lit d'impression ME-AM, [251] tels que les miroirs en verre ou les rubans en poly imide [182] principalement en raison du manque de groupes fonctionnels de surface, de la faible énergie de surface et de la faible polarité [252]. Pour contrecarrer un éventuel délaminage de la première couche déposée, la plupart des chercheurs recommandent de déposer des filaments à base de PP sur des substrats en PP [181]. Cependant, des précautions particulières doivent être prises afin de ne pas souder la première couche déposée sur le lit d'impression en PP, ce qui peut entraîner à un endommagement complet du composant imprimé en 3D lors du retrait de la pièce. Les stratégies pour contrer ce problème concernent le choix de lit d'impression avec une énergie de surface légèrement différente

ainsi qu'une polarité mais une composition chimique similaire. Matériaux de lit recommandés pour une impression 3D réussie PP incluent des copolymères PP aléatoires ou UHMWPE.

#### **II.2.6.1.3. Le grand défi du retrait et de déformation pour le pp imprimé en 3D**

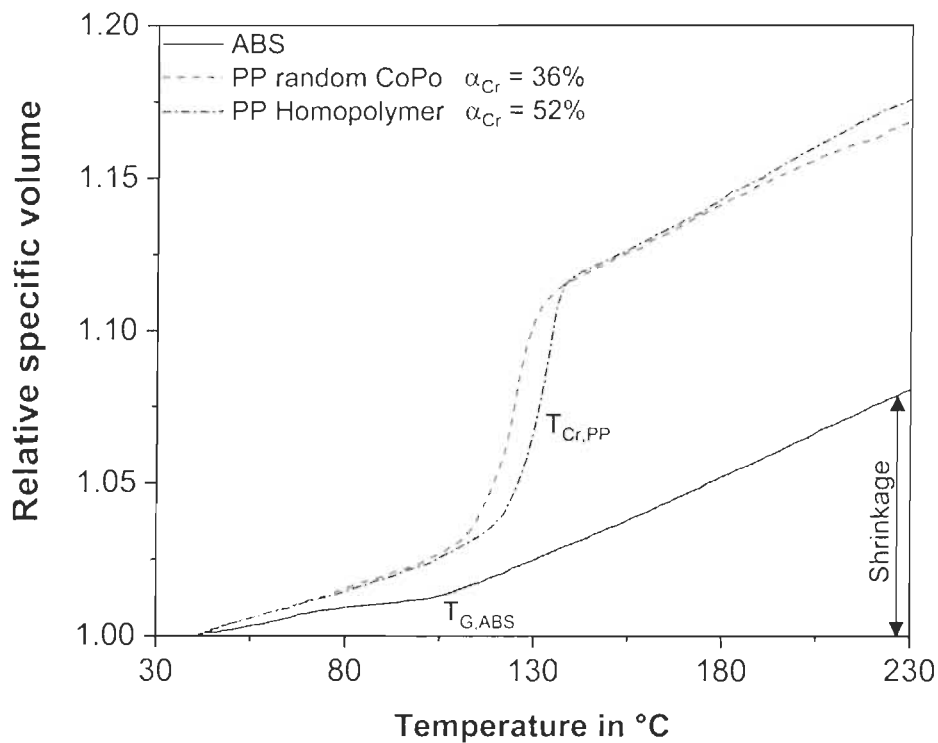
Le principal inconvénient de l'utilisation du PP dans ME-AM est la forte susceptibilité du polymère à se rétracter et à se déformer considérablement. Comme un polymère fondu refroidit, le volume du polymère à la fois le volume libre entre les chaînes macromoléculaires et leur volume vibratoire diminue, tant que la température est supérieure à la température de transition vitreuse. Il en résulte une déformation du matériau. Les polymères amorphes tels que l'ABS présentent une faible diminution du volume spécifique jusqu'à sa température de transition vitreuse pendant le refroidissement (figure II-10). Les polymères semi-cristallins tels que le PP, cependant, révèlent un changement drastique de volume spécifique dans la région de cristallisation des chaînes de polymère, puisque les structures du cristal formé le rendent considérablement plus denses que les structures amorphes à l'état fondu [253, 254]. En raison du changement considérablement plus élevé de volume sur une certaine plage de température par rapport aux matériaux amorphes, le PP a tendance à rétrécir beaucoup plus que l'ABS, surtout si le taux de cristallinité  $\alpha_{Cr}$  est élevé (figure II-10), par exemple, pour les homopolymères PP. Lorsque les pièces en polymère rétrécissent différemment ou anisotrope à diverses positions, par exemple, en raison d'un refroidissement inhomogène ou non uniforme, ou en raison d'une autre quantité de retrait dans l'écoulement et la direction d'écoulement transversal, qui est presque omniprésent pour les polymères semi-cristallins imprimés en 3D, la pièce fabriquée est sujette à la déformation. Des thermoplastiques qui révèlent un retrait volumétrique important et des degrés élevés de cristallinité sont particulièrement sensibles à la déformation [253-255]. Surtout dans le procédé ME-AM, la combinaison du retrait dépendant du refroidissement du matériau, le dépôt anisotrope des brins, [256] les orientations associées des chaînes polymériques introduites [257] et la distribution complexe de la température dans la machine AM, les forces à l'intérieur des brins déposés, ce qui entraîne des contraintes résiduelles et finalement une déformation excessive [216]. Comme la déformation contrecarre les forces d'adhésion de la première couche au lit

d'impression, les composants PP imprimés en 3D se détachent facilement de tels lits. Si une adhésion suffisante à la première couche est garantie, les pièces PP peuvent néanmoins souffrir fortement du retrait après le traitement en raison de l'énorme accumulation de contraintes résiduelles pendant ME-AM [216]. Carneiro et al.[258] ont été les premiers chercheurs à résoudre les problèmes de déformation lors de la fabrication de pièces en PP produites par ME-AM. Outre une évaluation de l'ensemble de la chaîne de production à partir du filament et des études sur l'effet de l'orientation de l'impression, du degré de remplissage et de l'épaisseur de la couche sur les propriétés de traction, les auteurs ont fait valoir que des changements dans les conditions de traitement peuvent améliorer le contrôle dimensionnel en termes de retrait. Il a été constaté qu'une meilleure compatibilité entre le lit d'impression, la partie imprimée et une direction d'impression optimale sont avantageuses pour résoudre le problème de retrait des pièces imprimées. De plus, ils ont incorporé des fibres de verre au PP et fabriqué des parties de ce composé au moyen de ME-AM pour la première fois. Bien qu'aucune influence sur le comportement du retrait n'ait été étudiée pour le PP renforcé de fibres, on peut s'attendre qu'en raison de la faible tendance des charges à rétrécir, le retrait du composite a été amélioré. Par rapport à la partie produite de PP pur comme cela a été démontré plus tard par Spoerk et al. avec des fibres de carbone [259]. En un mot, Carnier et al.[258] ont posé la pierre angulaire de nouvelles études sur l'amélioration du PP sur les déformations et affiché deux stratégies pour amélioration des imprécisions dimensionnelles des échantillons imprimés en 3D.

#### **II.2.6.1.4. Optimisation du processus induisant la déformation pour le PP**

Outre les modifications matérielles, par exemple, en diminuant le degré de cristallinité en incorporant des segments de monomère d'éthylène à PP90,[260] ou en mélangeant du PP avec d'autres thermoplastiques, [261] des changements dans le traitement peuvent améliorer considérablement la déformation des composants PP imprimés en 3D. Hämäläinen, [216] par exemple, a constaté que le degré de déformation du PP imprimé en 3D est en fonction de la géométrie du composant traité. Des spécimens cylindriques denses ont révélé une déformation bien contrôlable, alors que les parties cubiques présentaient une distorsion partielle, en particulier les coins. Cette découverte a été causée par de fortes forces contractiles provenant des coins des cubes vers le centre du cube, le rétrécissement

longitudinal du remplissage et une plus haute accumulation de la contrainte. Une tendance similaire de diminution de la déformation pour les pièces cylindriques a été retrouvée pour les pièces creuses. Cependant, les deux parties à paroi mince ont présenté une stabilité dimensionnelle considérablement plus faible que les parties denses. Cette constatation était liée à la vitesse de refroidissement du matériau fraîchement déposé dans des échantillons à paroi mince, ce qui a entraîné des contraintes résiduelles plus élevées et donc l'augmentation de la déformation par rapport aux pièces denses.



**Figure II-10. Volume spécifique normalisé au volume spécifique à 40 C en fonction de la température et à une pression constante obtenue par un SWO pvT100 (SWO Polymertechnik GmbH, Allemagne)**

Illustré à titre d'exemple pour l'ABS et deux types de PP avec différents degrés de cristallinité ( $\alpha_{Cr}$ ). Le retrait, la température de transition vitreuse ( $T_G$ ) et la température de cristallisation ( $T_{Cr}$ ) sont illustrés à titre d'exemple [53].

En résumé, les modifications des conditions de traitement ont clairement donné la possibilité d'améliorer la stabilité dimensionnelle des pièces produites par ME-AM. Cependant, des paramètres traditionnellement élaborées et déclarées efficaces peuvent être utilisées comme lignes directrices pour la réduction de la déformation mais ne peut pas être

universellement suggérée pour toutes géométries et pièces. Par exemple, si la géométrie de la pièce est fixée, ce qui est le cas dans la plupart des pièces industrielles en tant que pièces de rechange, un changement de longueur d'empilage ou d'épaisseur de pièce n'est pas une option. De plus, les épaisseurs de couche élevées peuvent diminuer le retrait, mais aussi détériorer complètement les propriétés mécaniques et de surface de l'échantillon produit. Par conséquent, les stratégies récentes qui diminuent les contraintes résiduelles ou homogénéiser les températures à l'intérieur de la pièce, semblent plus attrayants. Dans l'ensemble, un contrôle plus efficace du retrait devrait être des adaptations des paramètres du processus de traitement en combinaison avec un matériau de construction modifié qui est optimisé pour un degré minimal de retrait, comme par l'inclusion de charges.

#### **II.2.6.1.5. Les Charges empêchant la déformation pour le PP imprimé en 3D**

Au cours des dernières années, une myriade d'études sur l'incorporation de diverses charges dans les thermoplastiques pour la MA extrudée ont été faites[262-264]. Diverses charges, telles que des nano fibrilles de cellulose, [260,265, 266] fibrilles cristallines liquides thermotropes, [267, 268] fibres de bambou, [269] fibres de chanvre et harakeke, [270] fibres de verre courtes, [271] cendres, et fibres minérales [272] ont été incorporées dans des PP imprimés en 3D pour améliorer les propriétés mécaniques, rhéologiques ou thermiques du matériau. Cependant, seule une poignée d'études se sont concentrées sur la prévention de la déformation en incorporant des charges dans les filaments PP.

Wang et al. [178] ont fait une étude préalable sur le comportement de retrait des composés PP, dans lequel le comportement de cristallisation complexe du PP était présumé responsable de la sensibilité aux déformations. Les auteurs ont affirmé que la vitesse de cristallisation détermine principalement le degré de rétrécissement du PP imprimé en 3D. Selon les auteurs, le PLA est beaucoup moins sujet au retrait et donc plus facile à imprimer en 3D, car le taux de cristallisation est neuf fois inférieur à celui du PP. En ajoutant 10% en poids de nano fibrilles de cellulose séchées par pulvérisation et un compatibilisant au PP, une vitesse de cristallisation légèrement inférieure par rapport au PP a été réalisée. Simultanément, le coefficient de dilatation a diminué de 11,7%, ce qui a à son tour réduit la tendance au retrait. Bien que le véritable retrait des spécimens imprimés en 3D n'ait pas été analysé par les auteurs et qu'il soit influencé par bien plus de facteurs que ceux discutés

par Wang et al., une tendance vers une déformation partielle des pièces en raison de la diminution du taux de cristallisation et du coefficient de dilatation peut être attendu.

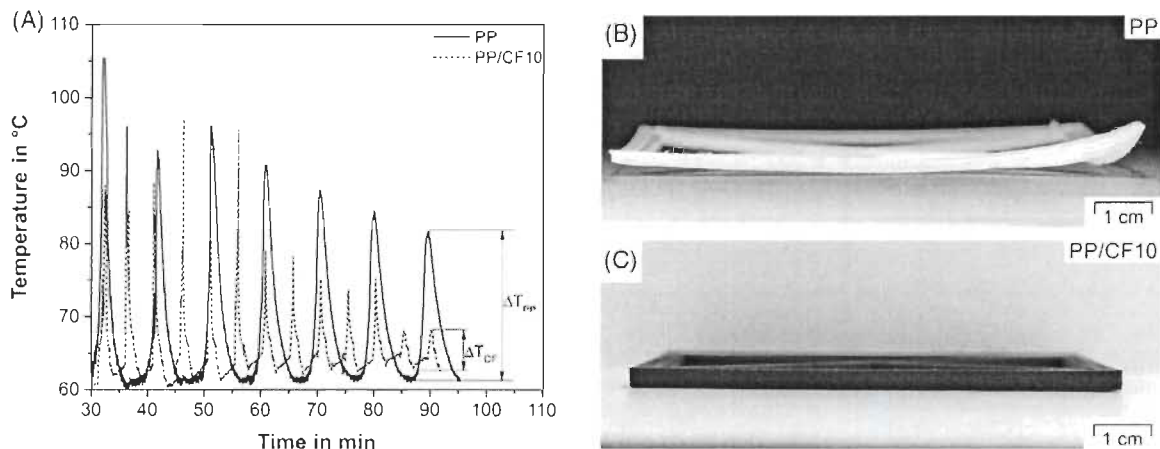
Stoof et al. [273] et Pickering et al. [274] ont montré pour les trois charges de fibres à savoir harakeke, chanvre et gypse recyclé incorporés en PP recyclé une nette amélioration de la déformation sur des spécimens imprimés en 3D spécialement conçus. Une tendance à la baisse de la déformation a été trouvée en augmentant le contenu de la charge. Les fibres harakeke présentaient la réduction de déformation la plus efficace. Dès que les charges étaient agglomérées (par exemple, le gypse), la réduction du retrait ainsi que l'amélioration des propriétés mécaniques n'étaient pas aussi efficaces que pour les charges uniformément réparties de harakeke et chanvre. Une tendance similaire a été également trouvée pour PP rempli de sphères de verre et de cellulose, respectivement [275]. Les filaments des deux matériaux n'étaient transformables que par ME-AM et n'ont révélé une réduction de la déformation efficace que lorsqu'un agent de couplage et un enduit de remplissage ont été appliqués pour garantir une distribution homogène de la charge et une solide interface charge-matrice. Spoerk et al. [273] ont analysé le comportement de rétrécissement de pièces en PP imprimées en 3D remplies de sphères de perlite expansées en fonction du diamètre moyen de remplissage et de la charge de remplissage. Comme les charges inorganiques gênent le changement volumétrique du polymère chaînes, le retrait volumétrique diminue avec l'augmentation de la charge. Les composés remplis de charges plus petites ont montré une réduction du retrait par rapport à ceux remplis de plus grandes charges en raison de la surface interfaciale plus grande entre les charges et la matrice. Comme les particules étaient uniformément réparties dans la matrice et présentaient une bonne interface charge-matrice, les deux matériaux chargés étaient parfaitement imprimables, malgré la charge de remplissage élevée de 30 vol. %.

La précision dimensionnelle des composants imprimés en 3D a été testée par des moyens d'analyse optique sur des échantillons spécialement conçus et étaient particulièrement sujets au retrait. Comme prévu au niveau de la différence de retrait volumétrique, les deux matériaux chargés révèlent un comportement de retrait amélioré. Cependant, le composite chargé avec les plus petites particules s'est avéré être beaucoup plus dimensionnellement stable par rapport au composite rempli des sphères plus grandes. La même constatation a également été confirmée plus tard pour le PP imprimé en 3D rempli de sphères en verre de

différentes tailles. Bien qu'un comportement anisotrope dans le retrait puissent être attendus pour les thermoplastiques renforcés de fibres, [276] les études diverses, à la fois sur ABS renforcé avec des fibres de carbone[277] et PP rempli de quantités de fibres de chanvre, [273] fibres de verre, ou fibres de carbone, ont montré que des charges à rapport d'aspect élevé peuvent également réduire efficacement les déformations de la chaîne. Surtout la plus récente étude sur le PP rempli de fibre courte de carbone a démontré une précision dimensionnelle exceptionnelle, en particulier en termes de retrait isotrope sur des pièces d'ingénierie très complexes et de grande taille malgré la charge hautement anisotrope. La raison de cette découverte plutôt inattendue est double. Tout d'abord, les fibres rigides peuvent diminuer les déformations de la chaîne, en particulier dans les coins des échantillons imprimés, car les fibres peuvent entraver le mouvement de contraction entraîné par l'entropie des chaînes polymères tant que les fibres sont suffisamment rigides et alignées dans le sens de l'impression. Deuxièmement, cela peut s'expliquer par la conductivité thermique élevée des fibres de carbone, qui à son tour augmente la conductivité thermique globale du composite. En conséquence, les fluctuations rapides de température pendant l'impression sont compensées par la charge hautement conductrice. Ceci conduit à une distribution de température plus homogène et donc à moins de contraintes internes / résiduelles et à un retrait diminué. Cette tendance est vérifiée par des mesures de thermographie illustrées à la figure II-11, par l'évolution de la température d'un brin de contour d'un spécimen de Charpy enregistré pour le PP pur et le PP renforcé de fibre de carbone (PP / CF1062) lors de la fabrication de cinq spécimens de Charpy. L'impression de la séquence de PP / CF10 a dû être modifiée par rapport à celle de PP afin de garantir le plus de répétabilité et imprimabilité. En conséquence, l'évolution de la température de PP / CF10 montre le double du nombre de pics de température qui se produisent lorsque la position de mesure est proche de la buse de l'imprimante, par rapport à celui du PP pur. Néanmoins, les températures maximales des deux matériaux sont toujours comparables. Malgré quelques fluctuations au début de la mesure [Figure II-28 (a)], les deux matériaux présentent une réduction du maximum des pics de température avec l'augmentation du temps d'impression en raison de l'isolation des couches imprimées ultérieurement entre la position de mesure et la buse. Une nette différence entre les deux matériaux est cependant perceptible. Comme le PP pur se comporte comme un isolant



thermique ( $\lambda_{axial, 90} = 0,30 \text{ } 0,01 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ), l'amplitude des pics diminue lentement avec le temps, ce qui signifie que l'équilibre thermique est atteint très tard. Par conséquent, après un temps d'impression de plus de 90 min, une distribution de température plutôt inhomogène de la partie imprimée prévaut, car une amplitude de température  $\Delta T_{PP}$  de  $20^\circ \text{C}$  est toujours présente. Au contraire, l'amplitude de la température du PP / CF1062 considérablement plus conducteur ( $\lambda_{axial, 90} = 0,87 \text{ } 0,02 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ) converge beaucoup plus rapidement vers un équilibre thermique que celle du PP. [278 370] pur. Après 90 min de l'impression, le brin observé dans le spécimen PP / CF10 Charpy montre environ quatre fois d'amplitude de température plus faible ( $\Delta T_{CF} = 5,5^\circ \text{C}$ ) que celle du PP. Ainsi, la conductivité thermique plus élevée induite par l'incorporation des fibres de carbone conduisent à une distribution de température plus homogène dans les échantillons fabriqués pendant l'impression. Par conséquent, les contraintes internes / résiduelles du matériau devraient également être réduites, ce qui explique la précision dimensionnelle prometteuse [figure II-11 (c)] par rapport au PP pur [figure II-28 (b)], malgré le rapport d'aspect élevé de la charge.



**Figure II-11. Évolution de la température d'un brin de contour de la troisième couche d'impression du premier spécimen de Charpy pour le PP pur et le composite rempli de CF PP / CF10**

(a) les spécimens imprimés en 3D qui sont particulièrement sujets à la déformation [171] pour le PP (b) et PP / CF10 (c). Pour une configuration détaillée de la mesure de thermographie, veuillez-vous référer à la réf. [272]. La différence de température entre le maximum du pic autour de 90 min et son minimum précédent (amplitude du pic) est indiquée pour PP ( $\Delta T_{PP} = 20$  C) et PP / CF10 ( $\Delta T_{CF} = 5,5$  C) en (a)[53].

#### **II.2.6.2. Impression 3D et le polyéthylène (en particulier HDPE)**

Comme énuméré dans le chapitre des Matériaux utilisés dans ME-AM et illustré par la Pyramide de matériaux polymères en fonction de la disponibilité des matériaux sur le marché ME-AM, les polymères avec un haut degré de cristallinité ( $> 40\%$ ), tels que les plastiques semi-cristallins de base, à savoir le polyéthylène basse densité (LDPE), le LDPE linéaire, le polyéthylène haute densité (HDPE), le UHMWPE, le PP, les homopolymères de polyoxyméthylène, le polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou certains types de polyamide semblent être particulièrement difficiles à traiter au moyen de ME-AM. Bien que ces matériaux possèdent des propriétés exceptionnelles et uniques, leur application dans ME-AM n'a pas encore été approfondie et étudiée dans la littérature. Il est à préciser ici que les quelques articles qui sont cités dans cette revue de littérature concernant le PE datent seulement de 2018, 2019.

L'adhérence entre les brins de polymère extrudé, l'enchevêtrement du polymère déposé, et l'adhésion à la plate-forme de construction, mais sans altérer le détachement facile, sont les principales exigences pour la fabrication d'objets sans défaut. Ce n'est que si ces exigences sont satisfaites en même temps que des propriétés mécaniques similaires à celles typiques du moulage par extrusion et injection conventionnelles seront réalisables. C'est assez problématique pour le HDPE qui n'adhère à rien et ne colle qu'au HDPE chaud. De plus, le problème de déformation volumique des polymères lors de la solidification et notamment lors de la cristallisation des polymères représente un autre défi à surmonter [279]. Par conséquent, les polymères les plus couramment appliqués dans le FFF sont amorphes, tels que les copolymères acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS) et les polycarbonates, ou les thermoplastiques semi-cristallins avec une cristallinité plutôt faible et des taux de cristallisation faibles tels que l'acide poly lactique (PLA), respectivement [280-282]. Bien qu'environ 50% des plastiques utilisés dans le monde soient des matériaux

hydrocarbonés comme le polypropylène (PP) et le polyéthylène (PE), on sait peu de choses sur l'impression 3D des thermoplastiques semi-cristallins en polyoléfine. La raison principale en est la cristallisation du PE et du PP qui explique le retrait thermique et la déformation massive lors du refroidissement de la masse fondue [283, 284]. Cela rend le FFF considérablement plus difficile, car la déformation nuit gravement à l'adhérence de l'objet imprimé au lit d'impression et entrave l'inter diffusion entre les brins de PE adjacents. Parmi les polyoléfines, le polypropylène est disponible comme filament commercial pour le FFF, mais bien que commercialisé sous ce nom, il consiste en un copolymère éthylène-propylène à fusion plus faible, moins cristallin et plutôt flexible qui a des propriétés mécaniques complètement différentes par rapport à l'homopolymère PP commercial [285-287]. Ces dernières années, des filaments en PE ont été mis à disposition pour les applications FFF, mais les fournisseurs de filaments ont émis un avertissement selon lequel les propriétés des matériaux seront très certainement toujours plus faibles en ce qui concerne les matériaux en feuille coulés ou extrudés. Ils recommandent aux novices de la FFF de rester à l'écart du HDPE et de privilégier l'ABS et le PLA [288]. Depuis que le chauffage pendant une période prolongée à une température plus élevée peut causer de graves problèmes de vieillissement, en particulier au contact de l'air, plusieurs groupes ont mis des composés transformables à chaud sur mesure comme les mélanges et les composites pour surmonter les problèmes de déformation. Par exemple, Spoerk et Sapkota ont récemment publié une série d'articles traitant de la FFF des copolymères de propylène / éthylène et de leurs composites [286, 287 289-292]. Ils ont découvert que les charges sphériques comme le verre ou les microsphères de perlite sont bénéfiques pour la réduction du retrait, car la maximisation de l'adhésion interfaciale entre la charge et la matrice augmente avec succès les propriétés de traction et la ténacité [287, 292]. Mélanges de LLDPE avec ABS et fonctionnalisation des particules de caoutchouc [293, 294] ont été appliquées dans FFF. De plus, le UHMWPE a été utilisé comme additif pour FFF de PP ou ABS, respectivement [295, 296]. Cependant, une faible adhérence interfaciale explique un faible renforcement mécanique et des propriétés mécaniques inférieures. Zou et al. ont comparé des mélanges de polycarbonate-uréthane (PCU) et d'UHMWPE traités par FFF avec un moulage par compression, dans le but de fabriquer un ménisque artificiel conforme [297]. Ils ont démontré avec succès la faisabilité de l'impression 3D de PCU /UHMWPE,

mais l'ajout d'UHMWPE n'a pas réussi à réduire l'usure et le frottement, probablement en raison de l'incompatibilité de l'UHMWPE qui sert de charge, ce qui explique la formation de surfaces rugueuses. Decker et al. a étudié les mélanges HDPE / ABS contenant jusqu'à 25% en poids de HDPE pour la formation de filaments et le traitement par FFF [298, 299 ]. Cependant, un contenu élevé de HDPE altère à la fois l'extrusion continue de filaments uniformes et les propriétés mécaniques des objets imprimés. En raison de sa cristallinité plus faible, l'impression avec du LDPE offre une précision dimensionnelle plus élevée.

Siewhui Chong and Co (2016) ont évalué, en termes de caractérisation physique, la faisabilité d'utiliser du polyéthylène haute densité (HDPE) recyclé, l'un des plastiques les plus couramment utilisés, comme matière première pour les imprimantes 3D, et comparé avec les granules de plastique acrylonitrile butadiène styrène usuels. Il a été montré que ce filament constitué de granules de HDPE recyclées présentait un rejet favorable de l'eau, avec un débit d'extrusion et une stabilité thermique comparables à ceux du filament constitué de granules d'ABS. Il y a cependant certaines limites à surmonter, telles que les problèmes de retrait / déformation et d'adhérence du HDPE. Selon les auteurs, cette étude peut servir de référence pour de futures modifications et améliorations de la qualité des filaments de HDPE recyclés. Ils estiment que les propriétés mécaniques, le vieillissement des plastiques, leur méthode de recyclage après impression, et une méthodologie de caractérisation standard et une base de données doivent être étudiés avant que cette technologie de conversion des déchets plastiques ne devienne compétitive par rapport à une impression 3D bien établie basée sur ABS et PLA [300].

Fang Peng and Co [301] (2019) ont montré que des filaments contenant environ 50% de polyéthylène haute densité ou basse densité (HDPE / LDPE) en tant que coquille dans un noyau de mélange de polycarbonate (PC) / acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS) peuvent être imprimés à l'aide du FDM standard avec une précision dimensionnelle adéquate, une résistance aux chocs améliorée et un allongement à la rupture amélioré par rapport aux échantillons imprimés avec PC / ABS seul. Les résultats montrent que la combinaison d'une cristallinité inférieure (28%) du LDPE par rapport au HDPE (62%) et d'une température de cristallisation inférieure du LDPE (89 ° C) à celle du HDPE (117 ° C) peut améliorer la

précision dimensionnelle de la pièce imprimée. Cependant, le module d'élasticité du composite contenant du LDPE ne représente que 48% de la pièce imprimée avec uniquement du PC / ABS pour les orientations à plat (XY), alors que la réduction du module avec le HDPE est nettement inférieure. Ils ont déduit que les comportements mécaniques peuvent être rationalisés en termes de théorie des composites de fibres alignées où le module anisotrope devrait dépendre de l'angle entre la direction d'étirement et l'axe de la fibre. Le faible coût du LDPE et du HDPE, ainsi que la possibilité d'augmenter la résistance aux chocs et l'extensibilité des pièces imprimées, justifient la promesse des filaments composites noyau-coquille pour la fabrication additive [301].

Daniel Filgueira et Co [302] (2018) ont utilisé deux séries différentes de polyéthylène biosourcé (BioPE) pour la fabrication de bio composites, chargées par des fibres de pâte thermomécanique (TMP). La composition chimique du TMP était de 48,2% de cellulose, 25,6% d'hémicellulose, 26% de lignine et 0,2% d'additif. Le caractère des fibres de TMP a été préalablement modifié par greffage de composés hydrophobes (octyl gallate et lauryl gallate) au moyen d'un traitement assisté par enzyme. Le BioPE à faible indice de fluidité (MFI) a donné des filaments à faible proportion de vides et une variation d'épaisseur relativement faible. L'absorption d'eau des bio composites a été remarquablement améliorée lorsque les fibres de TMP hydrophobisées de manière enzymatique ont été utilisées. De manière importante, l'impression 3D de BioPE a été améliorée en ajoutant des fibres à 10% et 20% de TMP à la composition. Ils ont conclu que des bio composites imprimables en 3D à faible absorption d'eau peuvent être fabriqués en utilisant des matériaux entièrement biosourcés et des procédés écologiques [302].

Piotr Olesik et Co [303] (2019) ont utilisé les composites de polyéthylène basse densité (LDPE) renforcés avec des déchets de verre finement pulvérisés comme un matériau potentiel pour les structures imprimées en 3D destinées à être utilisées dans des applications par frottement à faible charge. Ils ont utilisé un modèle d'impression 3D récemment publié pour calculer les limites du taux d'alimentation en filament et de la vitesse d'impression. Des tests tribologiques (méthode pin-on-disc) des composites imprimés ont été effectués pour différentes directions du chemin d'impression. La calorimétrie à balayage différentiel (DSC) a été effectuées sur les échantillons et les composites ont montré une cristallinité supérieure à celle du HDPE, ce qui explique en

partie le module d'élasticité supérieur des composites déterminé lors des tests de traction. L'utilisation d'une poudre de verre fine comme renforcement a permis d'améliorer de 50% la résistance à l'usure du LDPE grâce à la formation d'un film glissant à la surface de l'échantillon. Un effet évident de la direction de friction contre la direction de trajet imprimée sur l'usure a été trouvée ; ce qui était probablement lié aux différences d'élimination des produits de friction de la zone de friction pour différentes directions du chemin d'impression. Pour les auteurs, les composites de LDPE contenant de fines particules de verre sont des matériaux prometteurs pour les applications de frottement à faible charge et devraient faire l'objet de recherches supplémentaires [303].

Aniket Gudadhe et Co [304] (2019) ont démontré que le HDPE dérivé des déchets peut être imprimé en 3D avec succès en mélangeant d'une part avec une petite fraction ( $<0,5\%$  en poids) de diméthyl dibenzylidènesorbitol (DMDBS) et ( $\sim 10\%$ ) polyéthylène linéaire basse densité (LLDPE) et d'autre part à imprimer l'objet avec un mince "bord" autour qui est collé au substrat d'impression à l'aide d'une colle à base d'acétate de polyvinyle commune. Ils ont associé les résultats expérimentaux à des simulations FEM qui donnent un aperçu de l'origine des contraintes développées lors de l'impression [304].

Pour la première fois (2019) Rolf Mülhaupt and Co [279] ont imprimé du HDPE commercial par FFF correspondant aux propriétés mécaniques du HDPE moulé par injection sans rencontrer de difficultés de déformation massive et de formation de vide. Les problèmes bien connus de déformation et d'adhérence typiques des FFF de HDPE sont surmontés en sélectionnant le matériau de plaque de construction approprié et en ajustant les paramètres du processus FFF comme la température et le diamètre de la buse, le taux d'extrusion, la température de la plaque de construction. Parmi une grande variété de matériaux, le SEBS en tant que matériau de plaque de construction offre une excellente adhérence au HDPE pendant tout le processus de fabrication et permet un détachement facile de l'objet imprimé par pelage et pliage sans endommager l'objet imprimé. Ceci contraste fortement avec d'autres matériaux qui ne parviennent pas à adhérer ou adhèrent fortement et ne permettent pas le détachement sans destruction de l'objet imprimé. Les filaments HDPE adaptés au FFF sont facilement disponibles par extrusion HDPE. Dans les procédés FFF conventionnels, l'impression provoque des vides qui indiquent une mauvaise adhérence entre les brins. Cela altère considérablement les propriétés mécaniques et

optiques et explique l'anisotropie massive des propriétés mécaniques qui dépendent fortement de la direction et des voies d'impression. Pour éviter la formation de vides et pour compenser le retrait dû à la cristallisation du HDPE pendant la solidification, la vitesse d'extrusion est progressivement augmentée pendant l'impression d'une qualité de remplissage de 100 à 107%. De plus, dans un procédé FFF optimisé, des propriétés mécaniques significativement améliorées, un manque d'anisotropie et une surface améliorée sont obtenus à une température d'extrusion de 220 ° C pour une buse de 0,8 mm de diamètre et 240 ° C pour une buse de 0,4 mm de diamètre. Le diamètre de la buse et la vitesse d'impression ont un impact sur la qualité de la surface mais n'altèrent pas les propriétés mécaniques. Selon les essais de traction parallèles (0 °) et perpendiculaires (90 °) à la direction d'impression, aucune influence massive de la direction d'impression n'est détectée, alors que la plupart des échantillons HDPE imprimés de pointe perdent leur résistance à un angle de 90 °. Ceci confirme à nouveau qu'une excellente fusion des brins de HDPE extrudés est obtenue conformément aux analyses SEM. Cependant, la perte d'allongement à la rupture rencontrée par rapport au HDPE moulé par injection indique que de nouvelles améliorations du processus FFF et matériaux HDPE sont nécessaires. Néanmoins, ces progrès réalisés dans l'impression FFF du HDPE représentent une étape importante pour étendre la gamme de matériaux dans la fabrication additive à base d'extrusion et inclure des matériaux d'hydrocarbures semi-cristallins qui sont très prometteurs pour le développement de la fabrication additive durable [279].

### **II.2.7. Impression 3D et bio composites de fibres de bois**

Les polymères thermoplastiques renforcés de fibres naturelles s'offrent une gamme intéressante de propriétés mécaniques spécifiques combinées à une empreinte environnementale maîtrisée [305, 306]. Mais, en raison de la faible résistance thermique des fibres végétales, la plupart des voies de traitement appliquées à ces bio composites, y compris l'extrusion, le moulage par injection, l'empilement de films, le moulage sous vide, etc., ont un effet important sur l'intégrité des parois cellulaires [42]. Ainsi les FDM peuvent devenir une alternative crédible pour résoudre ces problèmes [43-45].

L'influence des paramètres de traitement est actuellement envisagée dans plusieurs études

pour promouvoir le développement plus large de la FDM. Cependant, la plupart de ces études sont axées sur les polymères purs. Ainsi, lorsque les filaments d'ABS se chevauchent, la résistance à la traction de l'échantillon imprimé est améliorée par rapport aux échantillons sans chevauchement [307, 308]. Un autre paramètre clé est l'orientation de l'impression, qui met en évidence l'effet anisotrope de l'impression [309-401]. En effet, la résistance à la traction longitudinale d'un échantillon imprimé orienté à  $0^\circ$  peut être cinq fois plus élevée qu'en coupe transversale homologues. FDM des composites de fibres naturelles est encore rarement décrite dans la littérature. Les seuls résultats disponibles à ce jour sont plus préoccupés par le concept global de l'impression 4D plutôt que par la recherche sur les matériaux, même si cette dernière approche est absolument essentielle pour une telle technologie [310, 402]. Pour rappel, l'impression 4D est définie comme la capacité des matériaux imprimés en 3D à être actionnés lorsqu'un stimulus externe est appliqué [311-313]. Fondamentalement, lorsque des fibres naturelles (bois, lin, chanvre, etc.) sont utilisées comme renforcement composite, elles souffrent d'une sensibilité à l'humidité qui dégrade les propriétés. Cependant, des bio composites de fibres naturelles [314-316] (bio composites hygromorphes) ont été récemment développés [317], s'inspirant de la relation structure / fonction des matériaux naturels observée à travers les mécanismes de dispersion des graines de pommes de pin [318, 319]. Ces matériaux bio composites exploitent le comportement hygroscopique des fibres naturelles pour la conception de nouveaux dispositifs passifs pour les systèmes de suivi solaire ou les peaux réactives de construction.

A. Le Duigou et al. [305] ont étudié l'effet des paramètres FDM sur la microstructure d'un bio composite (matrice de poly (acide lactique) (PLA) et de poly (hydroxy alcanate) (PHA), renforcé avec de la fibre de bois recyclée) et ses conséquences sur les propriétés hygro-mécaniques. Ils ont remarqué que la largeur d'impression (100, 200 et 300%) influence les propriétés mécaniques des bio composites du bois en modifiant leur microstructure (porosité). Les paramètres mécaniques sont plusieurs fois inférieurs aux propriétés communes des échantillons préparés via le processus de compression. En effet, le procédé FDM n'implique pas de niveaux de pression comparables à ceux rencontrés dans les procédés courants d'extrusion ou de moulage par injection. Ainsi, l'orientation des fibres de bois semble suivre l'orientation d'impression du filament, tandis que l'inter filament et



les interactions entre couches pourraient être considérées comme le maillon le plus faible du matériel imprimé. L'augmentation de la largeur du filament augmente la porosité mais abaisse la cohésion du matériau. Cela entraîne une réduction de la résistance à la traction ainsi qu'une absorption rapide et accrue de l'eau. Le taux élevé de gonflement des bio composites de bois reflète leurs propriétés hygro élastiques anisotropes, tandis qu'un gonflement plus élevé est obtenu pour les bio composites imprimés par rapport à leurs homologues comprimés. Actuellement, le FDM peut produire des matériaux présentant des propriétés mécaniques relativement faibles et une haute sensibilité hygroscopique, ce qui pourrait être considéré comme un inconvénient. Cependant, en appliquant la bio-inspiration à partir de la dispersion des graines (par exemple, les pommes de pin), les propriétés hygroscopiques pourraient être transformées en avantage dans la conception de nouveaux types de produits hygromorphiques passifs. En effet, en imprimant une microstructure bicouche imitant une pomme de pin, on peut générer une fonctionnalité programmable à l'humidité pour les bio composites, en suivant le concept d'impression 4D. La comparaison d'échantillons imprimés avec des contreparties comprimées démontre que le procédé FDM fournit des matériaux présentant des caractéristiques qui conviennent à une gamme de fonctionnalités d'actionnement induites par l'humidité dans les bio composites et qui ont de meilleures propriétés mécaniques. En effet, le FDM permet d'améliorer la courbure maximale et la vitesse d'actionnement des bio composites du bois [305].

Yubo Tao and al [320] ont développé de filaments composites d'acide poly lactique (PLA) remplis de farine de bois (WF, 5% en poids) dans le but de l'appliquer à l'impression 3D. Il a été constaté que par rapport au filament PLA pur, l'ajout de WF a changé la microstructure de la surface de rupture du matériau, la résistance à la déformation initiale du composite a été améliorée, la température de dégradation thermique de départ du composite a légèrement diminué et il n'y a eu aucun effet sur la température de fusion [320] .

Teng-Chun Yang [321] a utilisé PLA renforcés de fibres de bois (WFRPC) pour fabriquer les composants WFRPC unidirectionnels au moyen de la (FDM). Les propriétés physico-mécaniques des composants WFRPC imprimés à différentes températures d'extrusion (200, 210, 220 et 230 C) ont été déterminées. Les résultats ont révélé que la plupart des propriétés

physiques (teneur en humidité, rugosité de surface, taux d'absorption d'eau et taux de gonflement de l'épaisseur) du composant WFRPC imprimé n'étaient pas significativement influencés par la température d'extrusion, tandis que sa densité et la différence de couleur augmentait à mesure que la température d'extrusion augmentait. De plus, les propriétés de traction et de flexion du composant WFRPC imprimé FDM ont diminué lorsque la température d'extrusion était supérieure à 200 ° C, tandis que la résistance à la compression et la force de liaison interne ont augmenté de 15,1% et 24,3%, respectivement, lorsque la température d'extrusion est passée de 200 à 230 C. De plus, la microscopie électronique à balayage (SEM) a démontré que la surface de rupture du composant de traction imprimé à une température d'extrusion plus élevée présentait une meilleure compatibilité aux interfaces fibre / PLA et une bonne adhésion entre les segments de filament extrudé. Ils ont conclu que le processus d'impression FDM utilisant différentes températures d'extrusion a un impact substantiel sur la couleur de surface, la densité et les propriétés mécaniques du composant WFRPC imprimé [321].

La microstructure et les performances mécaniques des filaments à base de bois (30% de fibres de pin recyclées et 70% de PLA / PHA) ont été étudiées par Sofiane Guessasma et al [322] dans le cas de la technique (FDM) en utilisant des approches expérimentales et numériques. Le processus d'impression du bois PLA / PHA est effectué en faisant varier la température d'impression, de 210 C à 250 C. Les résultats montrent que le filament à base de bois est imprimable sur une large gamme de températures et présente une tendance d'accumulation de chaleur marquée à des températures d'impression élevées. Cependant, le gain limité de performance en traction à ces températures fait du 220 C un choix optimal pour l'impression de filaments à base de bois [322].

Yu Dong et al. ont réussi à fabriquer des échantillons d'essais mécaniques imprimés en 3D de composites PLA et PLA / fibres de bois. Les paramètres d'impression 3D, y compris la densité de remplissage, la hauteur de couche et le nombre de coques ont été étudiés via la méthode Taguchi (DoE), parmi lesquelles le nombre de coques a été déterminé comme le facteur le plus important pour maximiser les résistances à la traction des échantillons de PLA. En outre, le travail du DoE a évalué l'effet du type de matériau (c'est-à-dire du PLA pur et PLA / fibres de bois) et le nombre de coques sur les résistances à la traction, à la flexion et aux chocs des échantillons de matériaux. Il est suggéré que le type de matériau

est le seul facteur prédominant pour maximiser toutes les résistances mécaniques, qui sont cependant toujours plus faibles pour les composites PLA / fibres de bois par rapport à ceux du PLA pur [323].

Nadir Ayrilmis et Co [324] ont étudié l'effet de l'épaisseur de la couche d'impression sur les propriétés technologiques des échantillons imprimés en 3D fabriqués à partir de filaments de farine de bois / PLA ayant un diamètre de 1,75 mm. Dans ce but, quatre couches d'impression différentes, 0,05 mm, 0,1 mm, 0,2 mm et 0,3 mm, ont été utilisées dans la production des spécimens imprimés en 3D. Il a été constaté que l'absorption d'eau des échantillons augmente avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche d'impression tandis que le gonflement de l'épaisseur diminue. Les propriétés de traction et de flexion des échantillons se sont considérablement améliorées avec la diminution de l'épaisseur de la couche d'impression. L'augmentation de l'épaisseur de la couche a provoqué de plus grands espaces, ce qui a augmenté la porosité dans la section transversale de l'échantillon. Une porosité plus élevée a entraîné des propriétés mécaniques inférieures [324].

Les propriétés mécaniques du PLA et de ses composites (poudre de bois, céramique, métal et les composites PLA à base de fibre de carbone) ont été évalués par Zhaobing Liu et al [325] en tenant compte des effets des variables d'impression importantes, à savoir l'orientation de la construction et l'angle de trame. Le PLA vierge, le PLA à base de bois et de fibre de carbone ont une meilleure formabilité à l'impression que le PLA à base de céramique, de cuivre et d'aluminium en position verticale. Les propriétés mécaniques similaires ou même améliorées des échantillons de PLA à base de céramique, de cuivre et d'aluminium imprimés par FDM ont été obtenues par rapport au PLA vierge. L'ajout de bois et de fibre de carbone hachée dans du PLA vierge réduit considérablement ses propriétés mécaniques. De plus, les échantillons composites PLA qui sont imprimés FDM dans une orientation sur le bord avec des angles de trame de  $+45^\circ / -45^\circ$  ont la résistance mécanique la plus élevée dans la plupart des cas tandis que tous les échantillons imprimés selon une orientation verticale ont la résistance mécanique et le module les plus faibles en raison de la faible liaison inter couche. Les surfaces de rupture des échantillons après des essais de traction et de flexion ont été analysées et ont permis de déduire que les faibles propriétés mécaniques des pièces composites en PLA à base de bois et de fibres de carbone seraient attribuées à des défauts tels qu'une porosité élevée, un compactage et une

adhérence médiocres entre les couches de filament, par rapport au PLA vierge, ainsi qu'aux échantillons composites de PLA à base de céramique, de cuivre et d'aluminium [325].

Composites renforcés de fibres continues de Kevlar (KFRC) a fait l'objet d'étude de G. Dong et Co. [326]. Le procédé FDM conventionnel combine la fibre et polymère en un seul filament pour imprimer des composites. Au lieu de cela, le processus de fabrication chez G. Dong and Co consiste à imprimer le Nylon par une buse comme matrice et fibres de Kevlar continues par une autre buse comme renfort. Quatre paramètres durant le processus FDM, la direction des fibres de Kevlar continues, le nombre de couches de fibres, la position de la fibre et l'angle de trame du nylon ont été variés. Ils ont constaté que le module d'élasticité du Nylon renforcé de fibres continues peut atteindre 27GPa et la résistance ultime est de 333MPa. L'amélioration au niveau des fibres continues est beaucoup plus élevée que celle des fibres courtes. Mais si la fibre est perpendiculaire à la force de traction, le module élastique n'est que de 0,84 GPa dû au fait que la liaison entre la couche de fibres et la couche de nylon est relativement faible [326].

### **II.3. Synthèse de la revue de littérature et originalité de la thèse**

la revue de littérature sur le moulage par injection a montré en détail comment les paramètres d'injection tels que la température de fusion, la température du moule, la vitesse d'injection, la pression de maintien, la pression d'injection et, dans une certaine mesure, la teneur en fibres avaient influencé les propriétés mécaniques, morphologiques, tribologiques des composites de polyéthylène ainsi que l'absorption d'eau, la force d'adhérence et la conductivité électrique. Elle a aussi fait remarquer que les études sur la tribologie des CFN à base de polyéthylène sont plus que rares.

La revue de littérature sur l'impression 3D a suffisamment montré que les matériaux pour FDM ou en général ME-AM (Extrusion de matériaux- Fabrication additive) étaient principalement limités au poly (acide lactique) (PLA) et à l'acrylonitrile butadiène styrène (ABS), en raison de leur facilité de mise en œuvre et que seule une quantité limitée de

thermoplastiques semi-cristallins est disponible à la vente ou est en recherche scientifique. En particulier les polymères avec un haut degré de cristallinité ( $> 40\%$ ), tels que les plastiques semi-cristallins de base, à savoir le polyéthylène basse densité (LDPE), le LDPE linéaire, le polyéthylène haute densité (HDPE), le UHMWPE et le Polypropylène, les homopolymères de polyoxyméthylène, le polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou certains types de polyamide semblent être particulièrement difficiles à traiter au moyen de ME-AM. Bien qu'environ 50% des plastiques utilisés dans le monde soient des matériaux hydrocarbonés comme le polypropylène (PP) et le polyéthylène (PE), on sait peu de choses sur l'impression 3D des thermoplastiques semi-cristallins en polyoléfine. La raison principale en est la cristallisation du PE et du PP qui explique le retrait thermique et la déformation massive lors du refroidissement de la masse fondue. L'adhérence entre les brins de polymère extrudé, l'enchevêtrement du polymère déposé, et l'adhésion au lit d'impression, mais sans altérer le détachement facile, sont les principales exigences pour la fabrication d'objets sans défaut. Ce n'est que si ces exigences sont satisfaites en même temps que des propriétés mécaniques similaires à celles typiques du moulage par extrusion et injection conventionnelles que l'impression 3D du matériau est dite réussie. Mais c'est assez problématique pour le HDPE qui n'adhère à rien et ne colle qu'au HDPE chaud.

Néanmoins, parmi les polyoléfines, seul le polypropylène est disponible comme filament commercial pour le FFF, mais bien que commercialisé sous ce nom, il consiste en un copolymère éthylène-propylène à fusion plus faible, moins cristallin et plutôt flexible qui a des propriétés mécaniques complètement différentes par rapport à l'homopolymère PP commercial. En plus, au cours des dernières années, certaines études sur l'incorporation de diverses charges dans les thermoplastiques pour la MA extrudée ont été faites et diverses charges, telles que des nano fibrilles de cellulose, fibrilles cristallines liquides thermotropes, fibres de bambou, fibres de chanvre et harakeke, fibres de verre courtes, cendres, et fibres minérales ont été incorporées dans des PP imprimés en 3D pour améliorer les propriétés mécaniques, rhéologiques ou thermiques du matériau.

Comme le PP, le polyéthylène en particulier le HDPE présente aussi un large éventail de propriétés personnalisables. Au cours des dernières décennies, le PE a souvent servi de

thermoplastique standard pour expliquer de nouveaux phénomènes, ainsi que dans sa production et son utilisation, car il a le potentiel de remplacer les polymères techniques et les métaux. Par exemple, les travaux de recherche de D. Koffi et al. et L. Toubal [3, 8] portent sur la conception et la fabrication d'engrenage en composite de fibres naturelles avec HDPE comme matrice pour remplacer les engrenages en nylon. Les composites en question sont constitués de 60 à 90% du HDPE et de 10 à 40% de fibres de bouleau et offrent de propriétés mécaniques satisfaisantes, telles qu'une résistance à la traction décente (18,8–45,54 MPa) et un module d'Young (1510–4390 MPa)[3], une ténacité élevée, une résistance aux chocs et à l'abrasion, en combinaison avec une faible densité qui rendent ces composites particulièrement attractifs pour ME-AM. Le PE aussi est connu pour être facilement modifié par l'ajout de comonomères ou en incorporant des additifs tels que des charges, des modificateurs d'impact, des fibres ou d'autres polymères [245, 246]. De plus, sa non-toxicité, son applicabilité en tant que biologiquement inerte et son excellente résistance chimique contre divers réactifs font du PE un matériau exceptionnel pour le marché ME-AM, qui ne peut être atteint que par des polymères beaucoup plus chers tels que le poly (éther éther cétone). En particulier, la résistance chimique exceptionnelle du PE aux solvants polaires, aux acides non oxydants, aux alcalis aqueux et aux solutions aqueuses de sel crée de nouvelles possibilités pour ME-AM, car d'autres types de filaments disponibles dans le commerce sont considérablement moins résistants aux produits chimiques, ce qui a limité l'applicabilité des pièces par ME-AM[216, 247]. Tous les polyoléfines, y compris le PE, révèlent intrinsèquement une très faible teneur en eau et l'absorption d'humidité. Par rapport aux matériaux standard ME-AM PLA et ABS, l'absorption d'eau du PP et du PE est inférieure de plus d'un ordre de grandeur [216]. Par conséquent, l'eau vaporisée ne peut pas compliquer le processus d'impression, ce qui entraîne moins de vides et une qualité de surface plus attrayante. La faible absorption d'humidité permet la longévité des composants dans des applications exigeantes en milieu humide, ce qui ne serait pas possible pour les matériaux ME-AM conventionnels[248, 340]. Enfin, la faible absorption d'eau du PE réduit les coûts, car aucune étape de séchage supplémentaire avant l'impression n'est requise[216]. Ayant une température de transition vitreuse d'environ -110 °C, PE offre une bonne stabilité thermique sur une grande marge de température. Comme il s'agit d'un polymère semi-cristallin, son point de fusion entre 85

à 140 ° C limite sa température de service maximal, mais il est élevé par rapport à de nombreux autres matériaux ME-AM disponibles dans le commerce. De plus, les monomères constitutifs de ce polymère non polaire sont facilement disponibles, consolidant également sa position de matériau thermoplastique de pointe à l'avenir.

Même si le FDM des composites à fibres naturelles peuvent produire des matériaux présentant une haute sensibilité hygroscopique, ce qui est considéré comme un inconvénient comme l'a décrit A. le Duigou et al. [305] qui ont travaillé sur un bio composite (matrice PLA, renforcé avec de la fibre de bois recyclée), l'utilisation du HDPE comme matrice du matériau de cette thèse réduirait considérablement la sensibilité hygroscopique de l'objet imprimé.

Le prix relativement bas du PE par rapport aux polymères conventionnels utilisés dans le moulage par injection comme le nylon ainsi qu'en impression 3D comme le PLA est un des avantages les plus déterminants qui incite son utilisation ( PE coute environ de 1 \$US / kg comparée au PP qui coute environ 1,87\$US / kg, au nylon environ 4 \$US/Kg et le PLA environ 3,85 \$US/Kg ). Les fibres de bouleau incorporées dans le PE pour synthétiser les composites coutent moins chers que le PE lui-même. Avec les propriétés mécaniques satisfaisantes, résistance à la traction décente (18,8–45,54 MPa) et un module d'Young (1510–4390 MPa), une ténacité élevée, résistance aux chocs et à l'abrasion, en combinaison avec une faible densité, le rapport « Qualité/Prix » est l'un des facteurs qui rend ces composites particulièrement attractifs. Et si l'on ajoute la dimension écologique et environnementale que représentent les fibres de bois, cette classe de composite pourrait faire l'objet de futures commercialisations tant en pièces fabriquées par procédé de moulage par injection ainsi que par impression 3D.

La sélection de meilleurs paramètres pour optimiser les propriétés mécaniques des échantillons fabriqués par moulage par injection est d'une part le premier défi majeur de cette thèse. D'autre part, les études sur les FDM des polyoléfines sont très limitées, celles des composites de fibres de bois avec Polyoléfine comme matrice sont quasi rares et celles sur les composites de fibres de bois avec polyéthylène (essentiellement le HDPE) comme matrice jusqu'aujourd'hui inexistantes. Ce qui laissent d'énorme difficultés à prévoir pour

l'étude des matériaux de cette thèse à savoir les composites de fibres de bouleau avec le HDPE comme matrice.



## **CHAPITRE III- MÉTHODOLOGIE**

La partie méthodologie de cette thèse est subdivisée en deux grandes sections à savoir une section sur le moulage par injection et une autre sur l'impression 3D.

### III.1. Moulage par injection

#### III.1.1. Fabrication des granules et des échantillons

Polyéthylène haute densité (HDPE, 0,953 g / cc basé sur ASTM D-1505, indice de fusion 18 g / 10 min basé sur D-1238) est fourni par Raplast Inc. La fibre de pâte de bois thermomécanique de bouleau jaune a été préparée à (I2E3) à l'Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR). Le procédé de fabrication de pâte thermomécanique (TMP, un procédé d'extraction mécanique) a été utilisé pour fabriquer les fibres. Ce procédé utilise des copeaux de bois soumis à une température supérieure à 100 ° C sous vapeur pour ramollir les fibres. Le défibrage sous pression s'ensuit dans un raffineur équipé de deux disques rotatifs tournant à grande vitesse. C'est l'effet des cycles successifs de compression et de décompression qui produit la pâte avec un rendement d'environ 90%. La fibre de bois a été séchée à 80 ° C dans un four à circulation d'air pendant 24 h, puis broyée à une taille de 20 à 60 mailles avant utilisation. Les classes de rapport d'aspect des fibres (longueur moyenne divisée par le diamètre moyen) ont été obtenues par raffinage mécanique et criblage et caractérisées à l'aide d'un analyseur de qualité de fibre OpTest (Tableau III- 1).

**Tableau III-2 : Résultats de FQA (fiber quality analyzer)[8]**

Dimension	Mesuré
Longueur moyenne: L (mm)	0.49
Diamètre moyen: D (µm)	24.7
Facteur de forme: L/D	19.79
Fibres comptées	5000

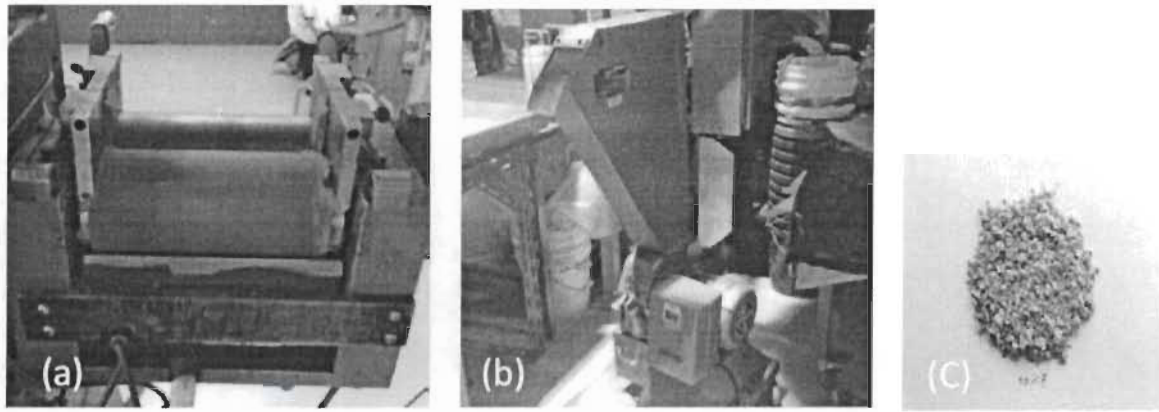
Les propriétés physiques des fibres de bouleau sont mentionnées dans le tableau III-2

**Tableau III-2 : Propriétés physiques des fibres de bouleau [8]**

Fibre	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Conductivité thermique (W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	Chaleur spécifique Mesurée à 17 °C (J Kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	Module de cisaillement G	Coefficient de poisson $\nu$	Elastic modulus E <sub>1</sub> (GPa)
Bouleau jaune	0.62	0.15	1300	0.9452	0.451	13.9

L'agent de couplage, polyéthylène graft anhydride maléique (MAPE) est fourni par la firme Addcomp.

Les matériaux ont été préparés en mélangeant les composants dans un mélangeur Thermotron (C.W. Brabender, modèle T-303, figure III-1 a). Le HDPE et le MAPE à un rapport massique de 20 : 3 ont été fondus sur des rouleaux à 170 ° C. La fibre de bois et le HDPE restant ont ensuite été mélangés pendant 7 minutes à 60 tr / min. Le mélange a été décollé du rouleau et remélangé cinq fois pendant 3 minutes chacune pour obtenir une pâte composite uniforme, qui a été retirée du rouleau et découpée en bandes avec un couteau pour s'adapter dans le moule d'échantillons. Pour pouvoir effectuer une injection, la pâte est refroidie et déchieter à l'aide d'une meuleuse industrielle (figure III-1b). On obtient alors des granules servant à alimenter la vis d'injection lors de la fabrication de pièces moulées. Ces mêmes granules peuvent être utilisés pour l'impression 3D. La teneur en fibre de bois a été fixée à 10%, 20%, 30% ou 40% en proportion massique (Figure III- 1 c).



**Figure III-3 : Fabrication des granules. (a) Rouleaux Brabender (b) le granulateur (c) granule**

L'un des principaux problèmes rencontrés jusqu'ici est l'obtention d'un mélange où les fibres sont distribuées d'une manière plus ou moins uniforme.

Le procédé de fabrication prend beaucoup de temps, puisqu' environ 150 grammes de composite en fibres naturelles peuvent être produites simultanément et demande environ une heure par mélange. De plus, les fibres dans la pâte ne sont pas uniformément réparties, ce qui affecte grandement les propriétés mécaniques des échantillons préparés. Par exemple, la limite d'élasticité des différentes dents d'un engrenage diffère substantiellement due à la présence ou à l'absence des fibres dans les dents testées.

La presse à injection utilisée dans cette expérimentation est une Machine de 100 tonnes de ZE 900 de ZHAFIR Plastics Machinery (figure III-2). Le moule de la machine dans cette expérimentation produit des échantillons de traction, flexion, d'Izod, d'impact et des disques de tribologie (figure III-3).

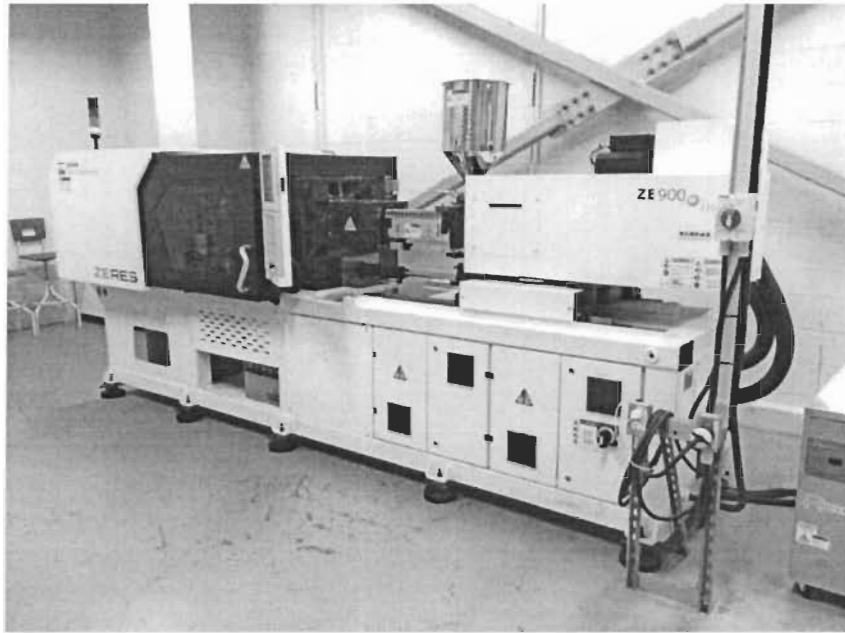
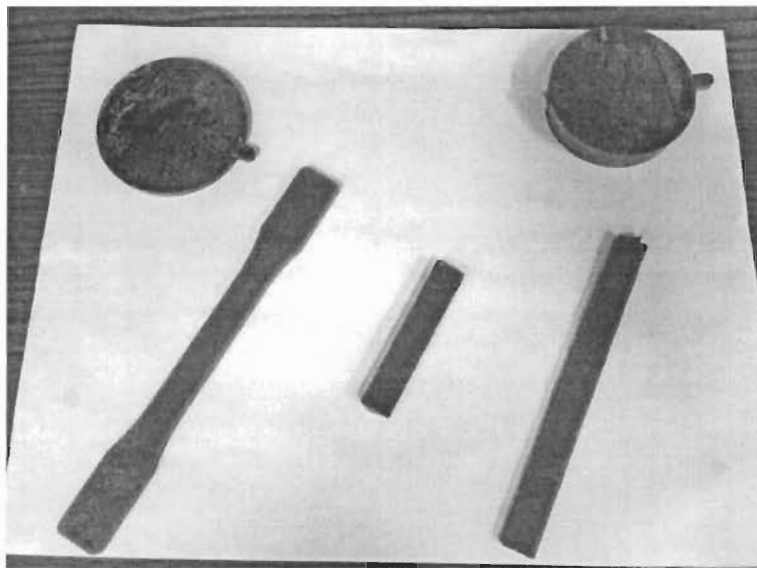


Figure III-2. Machine de 100 tonnes de, ZE 900 de ZHAFIR Plastics Machinery



Figures III-3. Échantillons de traction, flexion, d'Izod, d'impact et des disques de tribologie

### **II.1.2. Pré-optimisation des paramètres d'injection**

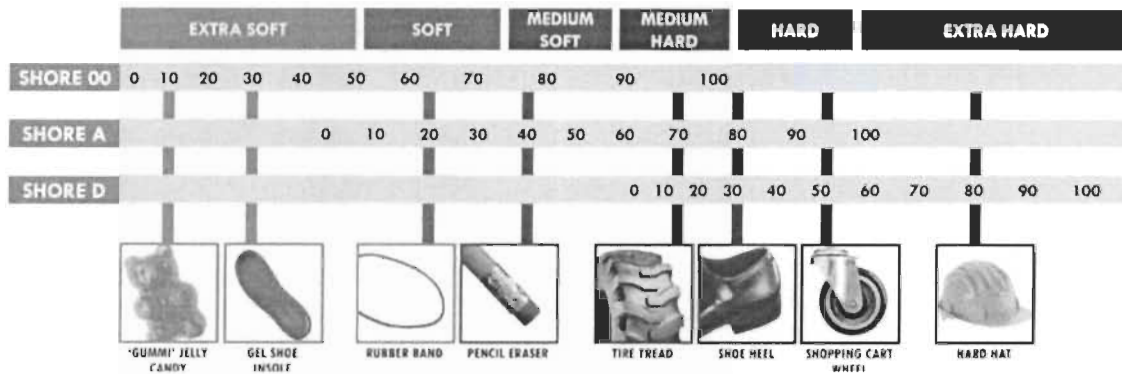
C' est la première fois que l'influence des paramètres d'injection a été testée sur ce matériau. Ne disposant pas de la machine d'injection au début des travaux de la thèse à l'UQTR, et plus dans le souci de la vulgarisation des composites à fibres de bouleau dans le milieu industriel québécois, une bourse Mitacs a été obtenue dans le cadre de cette thèse et les travaux en entreprise ainsi qu'au département Génie mécanique ont été faits et qui ont permis pour la première fois dans cette thèse d'évaluer l'influence des paramètres d'injection.

L'entreprise Ro-Ma fabrique des roues en nylon pour plusieurs types de chariots. Toutefois, plusieurs pièces d'assemblage sont achetées en Asie, dont la rondelle à l'étude dans ce projet. L'entreprise est toutefois intéressée à fabriquer cette rondelle localement et de remplacer le nylon actuellement utilisé par un composite de fibres naturelles.

Le changement de matériau lors de la fabrication ces rondelles sera en mesure de réduire les coûts reliés à l'utilisation de la matière première tout en se démarquant par son caractère écologique. En effet, le principal intérêt d'introduire un matériau renouvelable, tel que la fibre de bois, est de réduire la consommation de matériaux fossiles puisque la grande majorité des plastiques sont en général dérivés de combustions fossiles.

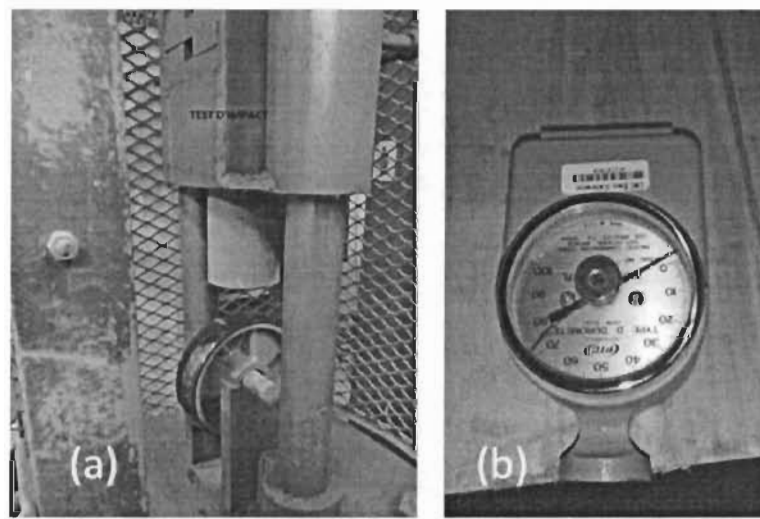
Si la société Ro-Ma veut offrir différentes pièces produites avec le nouveau composite de fibres naturelles, alors les propriétés mécaniques de ces dernières doivent être semblables au nylon (au minimum 50 sur la figure III-4) et le prix doit demeurer inférieur à ce dernier.

### SHORE HARDNESS SCALES



**Figure III-4. Comparaison des échelles de dureté**

Plusieurs paramètres d'injection ont été testés afin de trouver les valeurs permettant une injection optimale. Une presse Akesson 75 tonnes a été utilisée pour faire les essais. Dans cette étude, la température de fusion, la pression d'injection et la température de la cavité ont été modifiées au cours du processus d'injection du capuchon en composite de fibre de polyéthylène-bouleau pour avoir de meilleurs Capuchon. Par la suite, des tests d'impact (figure III-5-b) et de dureté avec un duromètre à échelle D ASTM D2240 (figure III-5-a) ont été effectués. Ce type d'appareil est utilisé pour tester la dureté des caoutchoucs, des plastiques semi-rigides et des plastiques rigides.



**Figure III-5. a- Banc d'essai d'impact      b- Duromètre à échelle D ASTM D2240**

### II.1.3. Méthode Taguchi

La méthode Taguchi, également connue sous le nom de Robust Design, a été développée par le Dr Genichi Taguchi [327, 328] et est largement utilisée pour optimiser les caractéristiques de performance d'une pièce en plastique produite en définissant les paramètres de conception. Cette méthode est également essentielle pour concevoir des systèmes de haute qualité et déterminer les paramètres optimaux pour les paramètres contrôlables pour rendre le produit ou le processus insensible aux facteurs de bruit [329 330]. La méthode Taguchi introduit une approche intégrée qui est simple et efficace pour trouver la meilleure gamme de conceptions pour la qualité, les performances et le coût de calcul [331,332]. Cette méthode comporte trois étapes: (1) la conception du système, (2) la conception des paramètres et (3) la conception des tolérances [333]. De tous les trois, la conception des paramètres est souvent identifiée comme l'étape la plus cruciale et dominante pour l'optimisation des processus [334, 335]. En général, la conception des paramètres de la méthode Taguchi utilise le plan orthogonal (PO), les rapports signal / bruit (S / N) et l'ANOVA. Taguchi PO est un design orthogonal très fractionnaire utilisée pour estimer les principaux effets par seulement quelques essais expérimentaux. Ainsi, l'adoption du PO peut réduire les coûts de recherche et développement en étudiant simultanément un grand nombre de paramètres au lieu d'étudier un paramètre à la fois comme cela se fait dans les méthodes traditionnelles [336, 337].

Il sera utilisé la Méthode Taguchi pour établir le plan expérimental. Puisque le moule disponible dans cette expérimentation produit des échantillons de traction, flexion, d'Izod, les essais de flexion, traction, d'Izod seront faits pour déterminer les variables dépendantes suivantes consignées dans le tableau III-3 ci-après :



**Tableau III-3 : Tableau des variables dépendantes**

Essais	Variables dépendantes Y
Traction	-Module de Young -Contrainte Maximale -Déformation à la rupture
Flexion	-Module d'élasticité - Contrainte Maximale - Déformation à la rupture
Charpy	-Énergie à la rupture

Au cours du processus d'injections, seuls les paramètres, température d'injection, pression d'injection, et temps de maintien seront variés sur 2 niveaux. Ces variables seront données au cours de la programmation du processus d'injection et seront mesurés et confirmés par de différents capteurs logés dans la machine. Le pourcentage de fibre n'est pas pris en compte comme variable puisque les autres paramètres seront variés pour chaque mélange (10%, 20% ,30% ,40%). Le tableau (III-4) résume les facteurs et leurs niveaux respectifs.

**Table III-4 : Tableau récapitulatif des facteurs et des niveaux**

Paramètres (facteurs)	Niveau 1	Niveau 2
Température d'injection °C, (°F) (A)	200 (392)	180 (356)
Pression d'injection (Psi), (bar) (B)	13500 (930,8)	15000 (1034.2)
Temps de refroidissement en (s) (C)	15	45

Il s'agit finalement avec 3 facteurs à 2 niveaux et il faut noter qu'il n'y a aucune interaction entre les facteurs. La table orthogonale  $L_4(3^2)$  selon Taguchi permet de structurer un plan d'expérience pouvant comporter 3 facteurs à 2 niveaux chacun et nécessitant 4 essais. Elle se présente comme suite dans le cas de cette expérimentation.

**Table III-5 : La table orthogonale L<sub>4</sub> de Taguchi**

Nom de l'essai	Colonne	A- Température °C/ °F	B- Pression d'injection (Psi)/ (bar)	C- Temps de refroidissement (s)
	Essai			
Fred PG1	1	200 (392)	13500(930,8)	15
Fred PG2	2	200 (392)	15000(1034.2)	45
Fred PG3	3	180 (356)	13500(930,8)	45
Fred PG4	4	180 (356)	15000(1034.2)	15

Soit **ddlf** = nombre de degré de liberté de chaque facteur = Nombre de niveau de chaque facteur -1 = 2-1=1

Soit **ddlt** =nombre de degré de liberté totale = Nombre d'essai -1 = 4-1=3

Soit **ddls** = degré de liberté résiduelle = **ddlt** -  $\sum$ ddlf=3- (3x1) = 0

Il ne reste aucun degré de liberté pour la variation résiduelle, on va répéter 5 fois les essais. Le degré de liberté pour la variation résiduelle à 5 répétitions des essais est de  $[(5 \times 4) - 1] - 4 = 15$

#### **III.1.4. Tests mécaniques effectués**

Les éprouvettes issues de l'injection et de l'impression 3D vont être soumis aux tests mécaniques à savoir, les tests de flexion, de traction, d'impact à la flexion (Charpy ou Izod).

##### **III.1.4.1. Essais de traction et de flexion**

Les essais de traction des échantillons ont été effectués sur un appareil de contrôle Instron (modèle LM-U150, Figure III-6) à température ambiante. Pour l'essai de traction, l'Instron

était équipé d'une cellule de charge de 50 kN. Un extensomètre de 25 mm a été connecté au système d'acquisition de données de la machine Instron et fixé à la section de longueur de jauge de l'échantillon pour enregistrer l'évolution de la déformation. La vitesse d'essai était de 2 mm / min. Les propriétés de traction, y compris la résistance à la charge maximale (MOR), le module d'élasticité (MOE) et la déformation à la rupture, ont été déterminées selon ISO 527-1 : 20 [338, 339 – 430, 431]. Cinq répétitions pour chaque pourcentage de fibres de bois à savoir 10%, 20%, 30%, ont été effectués. Il est à signifier ici que les échantillons de traction de 40% n'ont pas pu être fabriqués par la presse d'injection.

En raison de la flexibilité de l'échantillon, une cellule de charge de 10 kN pour le test de flexion a été utilisée afin d'obtenir une bonne précision. La portée du support était de 55 mm, ce qui a produit un rapport porté / profondeur de  $16 \pm 1$ . La vitesse transversale était  $V = 1,5$  mm / min, qui est calculée par :

$$V = \frac{ZL^2}{6d} \quad (III-1)$$

où  $Z$  (mm / mm / min) est le taux de déformation de la fibre externe,  $L$  (mm) est la portée du support et  $d$  (mm) est la profondeur de l'échantillon. Dans la méthode ASTM D790,  $Z = 0,01$  mm / mm / min pour la procédure A [338, 339].

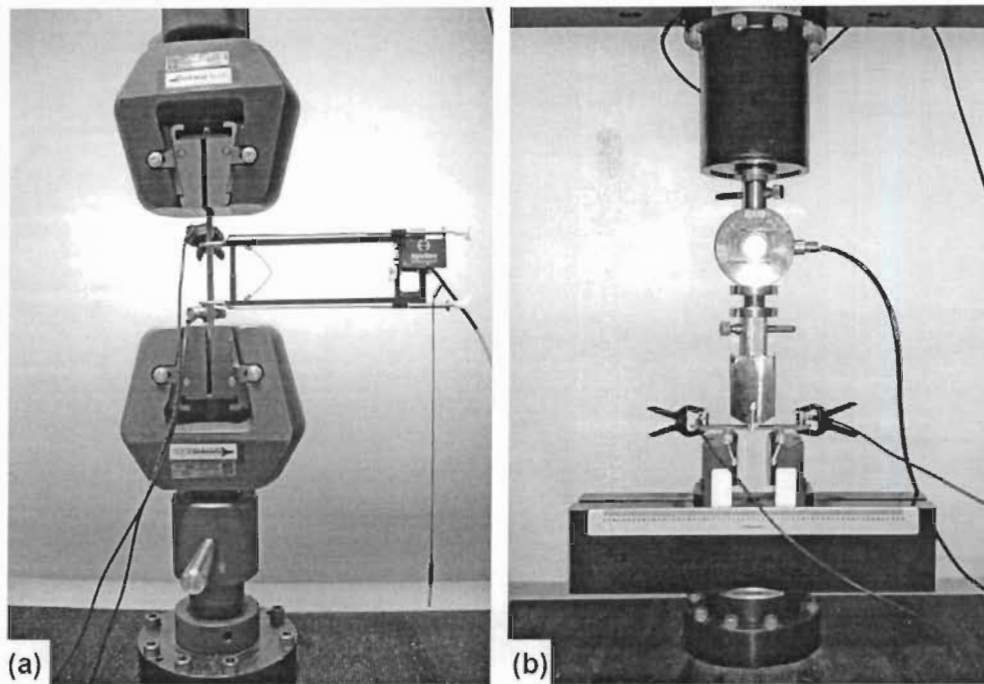


Figure III- 6. Dispositif des essais de (a) traction (b) flexion [8, 338, 339].

#### III.1.4.2. Essai d'impact Izod

Les tests Izod ont été effectués sur la machine pendulaire INSTRON CEAST 9050 équipée d'un marteau de 0,5 Joules. Le pendule est conçu pour déterminer la ductilité et la fragilité des matériaux pour des énergies de rupture d'au moins 20% de la capacité du marteau utilisé (Figure III-7).



**Figure III-7. Dispositif des essais de Charpy**

#### **III.1.4.3. Essai d'impact de puits de chute**

Les tests ont été effectués à l'aide d'une machine à fléchettes à chute libre Instron CEAST 9350 du Centre de développement des composites du Québec (CDCQ) avec support d'échantillon de 40 mm, capacité de cellule de charge de 22 kN et diamètre de 12,7 mm, type Tup hémisphérique. L'énergie d'impact est de 2 566 J à une hauteur de chute de 50, 986 mm. Cinq échantillons pour chaque PEHD vierge PFB 0% et composite de fibres de bois HDPE PFB 10%, 20%, 30%, 40% (quatre échantillons avec une vitesse d'impact de 1 m / s et le cinquième avec 1,25 m / s) ont été testés.

#### **III.1.4.4. Essai de dureté**

La dureté du HDPE pur et du composite de fibres de bois de disques de 62,5 mm de diamètre a également été mesurée à l'aide d'un duromètre Shore D selon la norme ASTM D2240, les échantillons étant traités comme des plastiques semi-durs (figure III-8). Le test a été répété au moins 8 fois pour chaque échantillon. Ce type d'appareil est utilisé pour tester la dureté des caoutchoucs, des plastiques semi-rigides et rigides.



**Figure III-8. Shore D duromètre**

### **III.2. Processus d'impression 3D**

La deuxième partie de la thèse concerne la réalisation d'éprouvettes de traction par impression 3D qui a pour objectif de comparer leurs propriétés mécaniques à celles des éprouvettes fabriquées par injection. Les recherches sur les techniques d'impression 3D étant presque absentes à l'Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR), Il s'impose de coopérer avec d'autres instituts et l'Institut Umweltgerecht Produktionstechnik de l'Université de Bayreuth dans la Bavière en Allemagne a accepté d'accompagner le projet.

La maîtrise du processus de fabrication du filament utilisé en impression 3D par FDM est un élément important pour la réussite du projet.

Ainsi, la réalisation du processus d'impression 3D devrait suivre les étapes suivantes :

- Fabriquer des granules de 10%, 20%, 30%, 40% en pourcentage de fibre avec le PE.
- Fabriquer les filaments pour l'impression 3D.

- Fabriquer des éprouvettes par impression 3D.

-Faire les tests mécaniques.

Les granules de 10%, 20%, 30%, 40% en pourcentage de fibre de bouleau avec le HDPE (HDPE+10wt% FB, HDPE+20wt% FB, HDPE+30wt% FB, HDPE+40wt% FB) ont été fabriqués à l'aide du Brabendeur et du Grinder comme décrit dans la partie « Fabrication des granules).

Des tentatives infructueuses pour la fabrication des filaments ont été faites en utilisant la mini-extrudeuse Filament Makers Precision 350 de 3DEVO au centre de recherche Neue Materialien Bayreuth GmbH.

C'est finalement avec la collaboration de Minde Jin, Reiner Giesa, Christian Neuber, Hans-Werner Schmidt tous à l'institut Macromolecular Chemistry I de l'université Bayreuth et Bavaria Polymer Institute (BPI) et aussi fondateur de la Firme PPprint, une firme spécialisée dans l'impression 3D des polyoléfines et plus précisément le polypropylène que le projet a pu aboutir. Ces derniers ont développé une approche miniature de traitement et d'essai des matériaux à petite échelle comme méthode de dépistage pour évaluer les matériaux polymères pour la (FDM) qui est déjà décrite dans la littérature (Filament materials screening for FDM 3D printing by means of injection molded short rods) [340].

La méthode convient à une petite entrée de matériau de moins de 10 g en utilisant un mini mélangeur en combinaison avec une machine de moulage par injection pour fabriquer des tiges courtes utilisables comme matériau de base FDM. Par rapport à l'extrusion de filament continue conventionnelle, où la quantité de matière première requise est d'environ 1 à 5 kg, le temps et la consommation de matière sont considérablement réduits pour l'étude des matériaux ou formulations de filaments FDM. Afin de démontrer la méthode, trois grades de polypropylène différents sont transformés en tiges et comparés aux filaments continus disponibles dans le commerce. En plus de la déformation de la chaîne, les propriétés de liaison inter couche sont également mesurées sur des éprouvettes découpées dans des tubes carrés imprimés FDM. La préparation des tiges et l'impression des tubes carrés présentées offrent un criblage et une optimisation rapides et efficaces des matériaux pour le développement de nouveaux matériaux FDM. Les tiges courtes moulées par injection sont

utilisables de la même manière que le filament FDM continu dans les imprimantes 3D. Les performances des pièces imprimées sont démontrées par la déformation de la chaîne et par des caractérisations de liaison inter couche. En appliquant cette méthode, le matériel, le temps et le coût sont minimisés pour le dépistage et l'étude des matériaux FDM au stade de développement précoce [340].

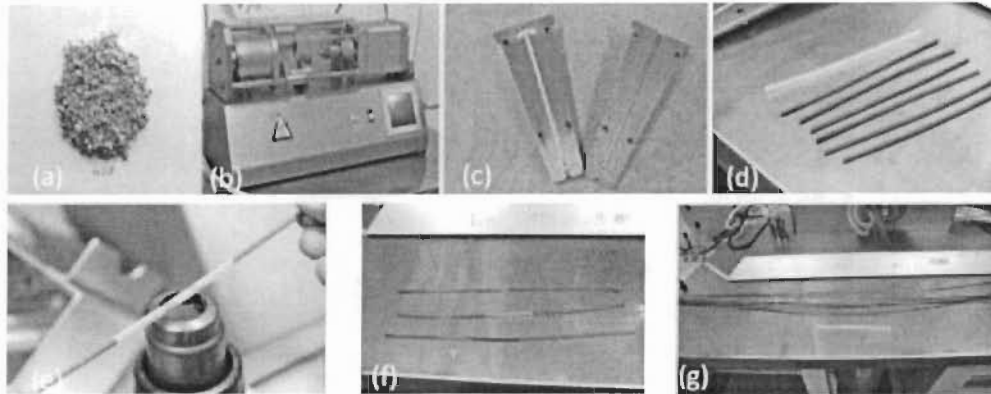
### **III.2.1. Traitement de tige à l'échelle du laboratoire**

Les matières premières pour FDM ont été mélangées et moulées par injection en tiges courtes. Au lieu d'utiliser une ligne d'extrusion de filament continue conventionnelle, l'étape de mélange permet le développement de nouveaux matériaux de base impliquant des composés avec d'autres polymères, additifs et charges. La poudre ou les granulés fins du matériau sont mélangés pendant 5 min sous atmosphère d'azote dans un micro-mélangeur bivis co-rotatif (DSM® Xplore, 15 ml) à une vitesse de rotation de 40 tr / min et une température de 240 ° C. Cette étape de mélange donne un polymère fondu homogène pour l'étape de moulage par injection [340].

Puisque dans ce projet les granules de composites HDPE et de fibre de bouleau ont été déjà fabriqués les granules (figure. III-9, a) ont été simplement déchargés et remplis directement dans le buse de la machine de moulage par injection DSM® (fig.3-9 b) et injectée dans un moule métallique (figure III-9 c) contenant un tube en Téflon® (longueur : 140 mm, diamètre extérieur : 4,0 mm, diamètre intérieur: 3,0 mm). Ainsi, la dimension finale des tiges injectées est très précisément contrôlée par les dimensions du tube. La température de fusion a été réglée à 190 ° C pour le HDPE vierge et 210 ° C pour les composites HDPE et fibre de bouleau, la température du moule à 25 ° C et la pression d'injection / maintien était de 6 bars pendant 5 secondes. Le tube en Téflon a été retiré du moule et un nouveau tube a été inséré pour le cycle d'injection suivant. Après avoir retiré le tube en Téflon par découpe, les deux extrémités des tiges ont été coupées avec un microtome rotatif (RM2255 de Leica Co.) avec une longueur de pas de 25 µm pour obtenir des sections transversales plates (fig.III-9 d) et relier les tiges individuelles sans espace avec un pistolet à air chaud (fig.III-9 e et f). Chaque tige de filament du composite mesure environ 135 mm à 140 mm de long. 6 à 7 tiges individuelles ont été reliées pour avoir des tiges plus longues d'environ 1 metre (fig.III-9 g), qui ont servi de tiges pour impression 3D. Comme le polymère fondu



est injecté dans un tube en Téflon®, les tiges présentent un diamètre très uniforme. C'est pendant ce processus de fabrication des tiges que les granules de 40%wt ont été abandonnés parce que très dur à injecter et traiter.



**Figure III-9. Processus de fabrication de la tige (filament)**

- |   |  |
|---|--|
| <b>a</b> -Granule HDPE/Fibre de bouleau à 10%           | <b>b</b> - Presse à injection DSM              |
| <b>c</b> - Moule d'injection et tube de Téflon          | <b>d</b> - Tige moulée                         |
| <b>e et f</b> - processus reliant les tiges entre elles | <b>g</b> - Tiges plus longues d'environ 1mètre |

### III.2.2. Imprimante FDM et conception géométrique

L'imprimante FDM 3D utilisée dans cette étude est une imprimante FDM à double buse de bureau (diamètre de buse : 400  $\mu\text{m}$ ) (3NTR® A4, Italia). Afin d'utiliser les tiges pour l'impression, le système d'alimentation en filaments a été modifié en alignant le tube d'alimentation verticalement. Le modèle numérique 3D de la géométrie à imprimer a d'abord été conçu (Autodesk® Inventor 2014) puis découpé (Slic3r) en couches numériques. Cette géométrie est conçue comme un tube carré autoportant (de 5 x 5  $\text{cm}^2$ ) constitué uniquement d'une pile mono-matière avec une épaisseur de ligne d'environ 600  $\mu\text{m}$ . Cela signifie que, dans chaque couche, la buse se déplace d'un chemin carré et extrude une seule ligne de matériau. Pour le processus d'impression, le matériau du lit d'impression

était une plaque à trous en résine époxy .au-dessus du lit, deux fines couches du même matériau ont été imprimées. Six tiges ont été nécessaires pour imprimer un tube carré nécessitant moins de 10 g de matériau pour une composition.

### III.2.3. Pré-optimisation du traitement HDPE

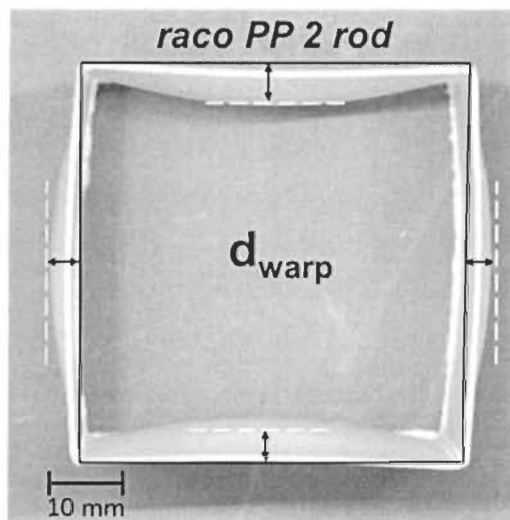
Pour obtenir des pièces imprimées FDM dimensionnellement stables et sans défaut, chaque procédure FDM doit être optimisée en ce qui concerne les paramètres du processus d'impression 3D telles que la température de l'extrudeuse et du lit, la vitesse d'impression et de refroidissement du ventilateur, pour tout matériau de charge particulier. La géométrie imprimée pour cette pré-optimisation était également un tube carré et les critères d'optimisation étaient « moins de déformation de chaîne » et une « meilleure finition des pièces » à l'aide d'une évaluation qualitative visuelle. Au cours d'une série de cycles d'impression, les variables de traitement les plus importantes, telles que la température de la buse et la vitesse du ventilateur de refroidissement, ont été optimisées (tableau III-6).

**Tableau III-6 : Variables de traitement les plus importantes**

Paramètres FDM	HDPE Vierge	HDPE+10 wt%FB	HDPE+120 wt%FB	HDPE+30 wt%FB
Température de la buse(° C)	210	210	210	210
Température du lit d'impression (° C)	25	25	25	25
Vitesse d'impression (mm / s)	25	25	25	25
Hauteur de couche (µm)	250	250	250	250
Vitesse du ventilateur (%)	100	100	100	100
Matériau du lit		P-surface de Ppprint GmbH		

### 3.2.4. Mesure de déformation

La déformation des parois latérales est définie par l'écart de distance entre la déformation maximale d'un tube carré imprimé et le contour de non-déformation d'un tube carré de forme idéale (figure III-10). Pour imiter le contour idéal de non-déformation, une plaque plate rigide a été fixée à la paroi latérale comme référence. La distance entre la surface déformée et la plaque de référence a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse numérique (Mahr® Digital Calipers 16 ES, plage de mesure 150 mm, résolution 0,01 mm). Chaque côté a été mesuré deux fois, résultant en huit positions différentes sur les parois latérales de chaque tube carré. Pour chaque mélange, 3 cubes ont été imprimés et mesurés et la moyenne est inscrite sur un graphique.



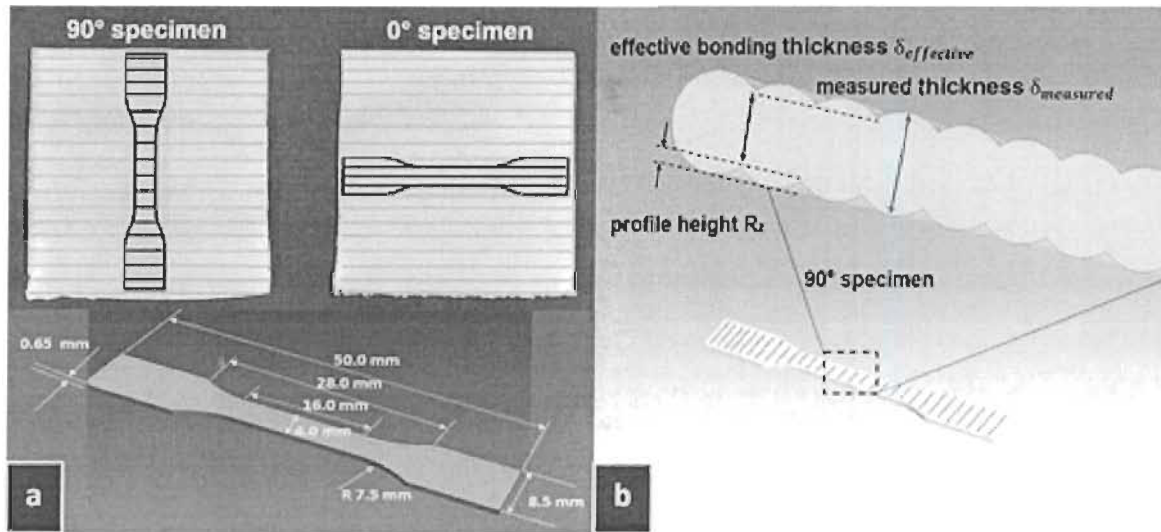
**Figure III-10. Définition de la déformation de la chaîne observée à partir de la vue de dessus d'un tube carré imprimé de tige**

La distance entre le contour carré idéal de non-déformation (ligne noire) et la position de déformation maximale de chaque paroi latérale (ligne en pointillés blancs) a été mesurée et la moyenne pour les déformations géométriques signalées, est notée  $d_{\text{warp}}$  [340].

### III.2.5. Essais de traction

Pour les tests mécaniques, les tubes carrés ont été coupés en quatre parois latérales à l'aide d'un couteau laser CO2. Dans ce travail, cinq éprouvettes de traction ont été découpées (Coesfeld Material Test Inc., couteau pour éprouvette de traction DIN 54504 S3A) [341] de chaque paroi latérale selon des angles de 90 ° et 0 ° par rapport à la direction de dépôt de la couche (axes X et Y) et utilisé pour déterminer la liaison intercouche et les propriétés mécaniques massives. Des tests de traction ont été effectués sur un testeur universel Instron® 5565 utilisant une cellule de charge 1 kN et des pinces pneumatiques. L'épaisseur des échantillons a été mesurée avec un micromètre numérique (Mitutoyo® 293-831, digimatic MDC Lite) dans la plage de 600 à 650 µm. Les modules E de tous les échantillons ont été mesurés à une vitesse de déformation de 0,2 mm / min et calculés entre 0,1% et 0,3% de déformation. Ensuite, une vitesse de déformation de 2,0 mm / min ou 40,0 mm / min a été appliquée pour des échantillons à 90 ° et 0 °, respectivement. De plus, la rugosité de surface de chaque paroi latérale a été déterminée avec un profilomètre à stylet (profilomètre Veeco® DEKTAK 150) en combinaison avec le logiciel WYKO Vision pour analyser les données de rugosité de surface. La hauteur du profil de surface RZ est définie comme la distance moyenne de 10 points entre les pics (5 points les plus élevés) et les vallées (5 points les plus bas) du profil de surface mesuré le long de la direction de dépôt des couches (axe Z) [342, 343]. L'épaisseur mesurée avec un micromètre numérique (Mahr® 16ES MOD. S225) est considérée comme la mesure globale de l'épaisseur du matériau fondu. L'épaisseur des éprouvettes de traction se réfère à l'épaisseur de liaison efficace  $\delta_{eff}$  entre les couches individuelles, comme indiqué sur la figure III-11 b. Pour les échantillons à 90 °, la différence entre l'épaisseur mesurée et l'épaisseur de collage peut être approximée par deux fois la hauteur du profil de surface :  $2R_z = \delta_{meas} - \delta_{eff}$ , et donc les propriétés mécaniques ont été calculées en utilisant la section de l'échantillon  $A^{90^\circ} = b (\delta_{meas} - 2R_z)$ , où  $b = 4$  mm est la largeur de l'éprouvette. Cependant, pour les échantillons à 0 °, la section  $A^{0^\circ}$  est calculée en utilisant la valeur d'une hauteur de profil  $R_z$  to  $A^{0^\circ} = b (\delta_{meas} -$

$R_z$ ).



**Figure III-11. Des éprouvettes (dimensions nominales des éprouvettes de traction selon la norme DIN 53504-S3**

a) découpées, donnant deux éprouvettes de traction différentes pour évaluer la qualité de la liaison inter-couche (éprouvettes à 90 °, direction de dépôt des couches (lignes grises) perpendiculaires à la direction de chargement de traction) et les propriétés intrinsèques du matériau (échantillons à 0 °, direction de dépôt des couches (lignes grises) parallèle à la direction de chargement en traction). b) Illustration de l'épaisseur de collage efficace et de l'épaisseur mesurée à l'aide d'une vis [340].

### III.2.6. Analyse thermique

L'analyse thermique a été réalisée en utilisant un système Mettler Toledo® DSC 2 STARe sous atmosphère d'azote, passant de 25 ° C à 250 ° C à une vitesse de chauffage / refroidissement de 10 K / min. Le degré de cristallisation des échantillons imprimés FDM a été déterminé en coupant un petit morceau hors de la zone centrale de la paroi latérale. Seule la première courbe de chauffage a été utilisée pour le calcul du degré de cristallisation selon l'équation suivante :

$$X_c = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_{m,0} (1-a)} \quad (III-2)$$

où  $\Delta H_m$  est l'enthalpie de fusion mesurée et  $\Delta H_{m0}$ , l'enthalpie de fusion d'un PE 100% cristallin (293 J/g), comme cela est connu dans la littérature [343] et  $\alpha$  le taux de fibre dans le composite).

### 3.2.7. Microscopie à lumière polarisée croisée

La microscopie à lumière polarisée croisée a été utilisée pour étudier la structure cristalline du HDPE en mettant l'accent sur la zone de liaison intercouche. Toutes les expériences ont été réalisées en utilisant un microscope à lumière polarisée croisée de Nikon (DIAPHOT 300). Des micrographies en lumière polarisée croisée ont été enregistrées par un logiciel Nikon ACT-1 en utilisant un appareil photo numérique (Nikon, DMX1200). Toutes les images ont été prises dans les mêmes conditions pour tous les échantillons à un grossissement différent de 10x et 40x à des temps d'exposition de 100 ms et 700 ms, respectivement. Des échantillons ont été découpés dans la zone médiane des tubes carrés imprimés. Ici, des tranches minces d'une épaisseur d'environ 10  $\mu\text{m}$  ont été coupées avec un microtome rotatif (RM2255 de Leica Co.). La préparation de l'échantillon est illustrée à la figure.

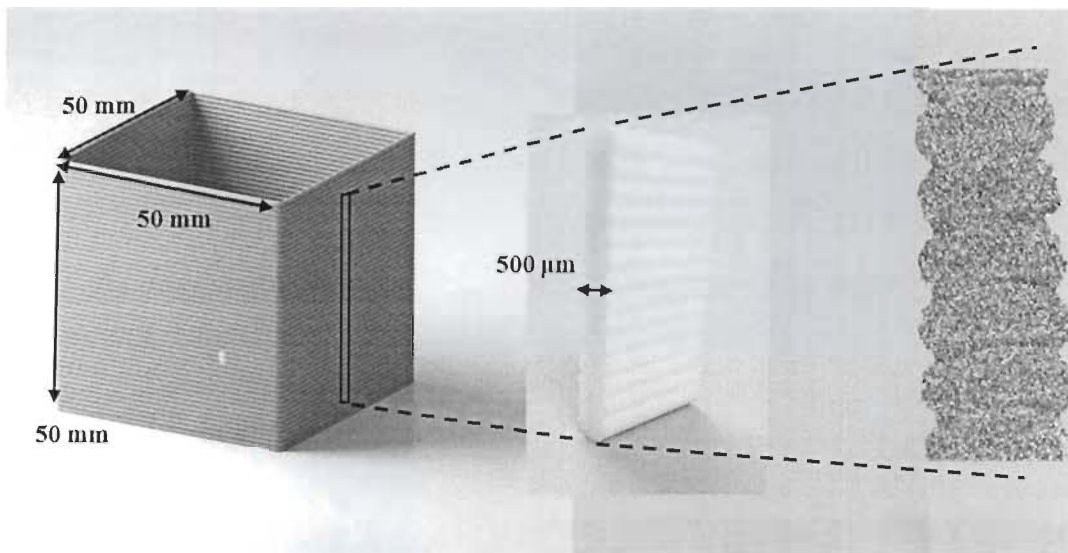


Figure III-12. Illustration de la préparation de l'échantillon pour les investigations microscopiques en lumière polarisée croisée.

Des échantillons ont été découpés dans la zone médiane des tubes carrés imprimés. Des tranches minces d'une épaisseur d'environ 10  $\mu\text{m}$  ont été coupées avec un microtome rotatif et placées entre des lames de verre pour la photographie.

## **CHAPITRE IV - RESULTATS, ANALYSES ET DISCUSSIONS**



La partie « résultats » de cette thèse est subdivisée en deux grandes sections à savoir une section sur les résultats obtenus au cours du moulage par injection et une autre sur l'impression 3D.

Dans la section du moulage par injection, les résultats de la pré optimisation seront premièrement présentés. Les résultats, les interprétations ainsi que les analyses des essais issus du plan expérimental de Taguchi suivront. Les résultats des essais d'impact de puit de chute et de dureté termineront cette section.

Les essais pour imprimer le HDPE vierge seront premièrement présentés dans la section de l'impression 3D. Les essais et les résultats obtenus lors des caractérisations sur les composites termineront cette section

#### **IV.1. Les résultats du moulage par injection**

##### **IV.1.1. Résultats de la pré optimisation**

###### **IV.1.1.1. Variation des paramètres**

Pendant le pré optimisation, la température de fusion, la pression d'injection et la température de la cavité ont été modifiées au cours du processus d'injection du capuchon en composite de fibre de polyéthylène-bouleau pour avoir de meilleurs capuchons

-HDPE + 10% de fibres de bois

Le tableau IV-1 présente les paramètres d'injection modifiés au cours du processus d'injection.

**Tableau IV- 1: Paramètres d'injection des capuchons en fibres de bois de 10%**

	Température du matériau (°C)	Température de la cavité (°C)	Pression (Bar)
Test1	170	275	50
Test2	165	255	50
Test 3	160	145	50

Au cours de ces trois essais, tous les bouchons ont été bien moulés ; et plus la température est basse, plus l'aspect brunâtre et brûlé des capuchons diminue (figure IV-1).



**Figure IV-1. Capuchon à 10% de fibres de bois**

-HDPE + 20% de fibres de bois

Le tableau IV-2 présente les paramètres d'injection modifiés au cours du processus d'injection.

**Tableau IV-2: Paramètres d'injection des capuchons en fibres de bois de 20%**

	Température du Matériau (° C)	Température de la Cavité (° C)	Pression (Bar)
Test 1	150	235	50
Test 2	150	260	50
Test 3	150	260	60

Lors du premier test (température du matériau, 150 ° C, température de la cavité 235 ° C, pression d'injection 50 bars), les défauts sont apparus sur la face de la pièce (figure IV-2 a). Lors du test 2, seule la température de la cavité a été portée à 260 ° C (température du matériau, 150 ° C, température de la cavité 260 ° C, pression d'injection 50 bars). Les défauts n'apparaissaient pas sur la face mais sur un côté de la pièce (figure IV-2 b). L'augmentation de la pression de 50 à 60 bars dans l'essai 3 (température du matériau, 150 ° C, température de la cavité 260 ° C, pression d'injection 60 bar) a donné des pièces sans défaut (figure IV-2 c).



**Figure IV-2. Capuchon à 20% de fibres de bois HDPE**

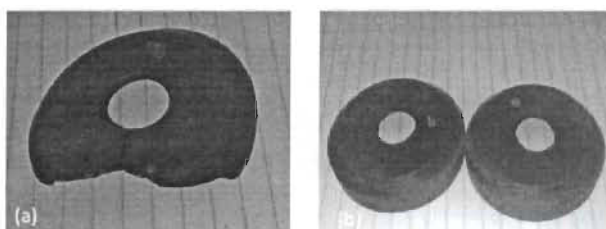
-HDPE + 30% de fibres de bois.

Les changements de paramètres pendant l'injection sont enregistrés dans le tableau IV-3.

**Tableau IV- 3: Paramètres d'injection des capuchons en fibres de bois de 30%**

	Température du Matériau (° C)	Température de la Cavité (° C)	Pression (Bar)
Test 1	150	260	60
Test 2	145	260	60

Lors du premier test (température du matériau, 150 ° C, température de la cavité 260 ° C, pression d'injection 60 bars), certains défauts sont apparus sur le côté de la pièce qui est brûlé comme indiqué sur la fig. IV-3a. La diminution de la température de fusion de 150 à 145 ° C dans l'essai 2 (température de fusion, 145 ° C, température de la cavité 260 ° C, pression d'injection 60 bars) a permis d'obtenir des pièces sans défaut comme le montre la fig. IV-3 b.



**Figure IV-3. Capuchon à 30% de fibres de bois**

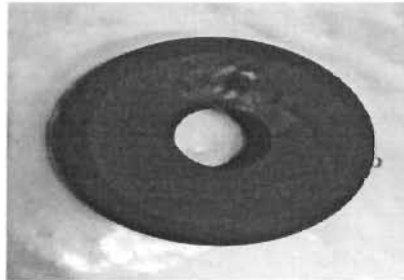
-HDPE + 40% de fibres de bois

Les changements de paramètres pendant l'injection sont enregistrés dans le tableau IV-4.

**Tableau IV-4: Paramètres d'injection des capuchons en fibres de bois de 40%**

	Température du matériau (° C)	Température de la cavité (° C)	Pression (Bar)
Test1	160	360	50
Test2	175	360	50

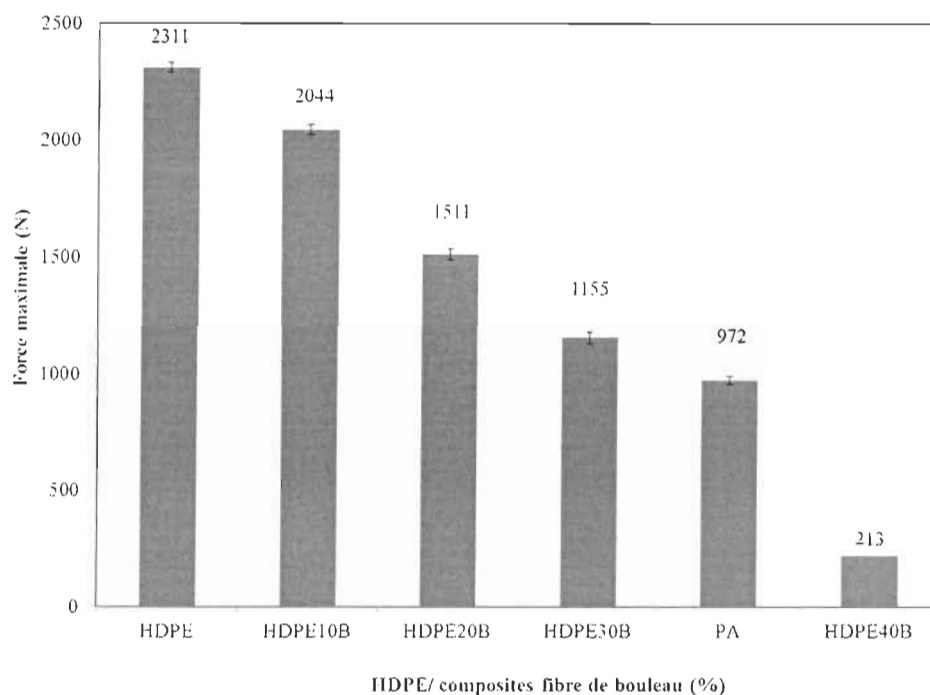
Le test (1) a donné les meilleurs résultats. Les pièces moulées avec le composite de fibre naturelle à 40% ont un aspect brunâtre (brûlé).



**Figure IV-4. Capuchon à 40% de fibres de bois**

#### **4.1.1.2. Test d'impact**

La figure IV-5 montre les résultats du test d'impact.



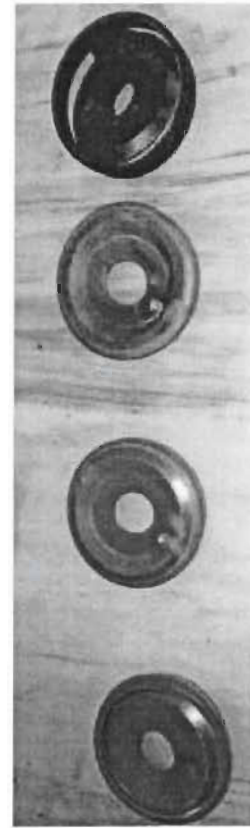
**Figure IV-5. Résultats du test d'impact**

Il convient de noter que lorsque le pourcentage de fibres augmente, la charge maximale diminue. La charge maximale de la pièce à 40% est faible parce que les fibres sont pratiquement brûlées.

Un effet très important à noter dans ce test d'impact est l'état des capuchons cassés. En effet les capuchons en nylon sont très fragiles et se cassent complètement (fig. IV-6a) tandis que les capuchons composites en fibre de bois ne sont que légèrement cassés (fig. IV-6b) et il était un peu difficile de définir le "cap cassé" pour ces capuchons composites.



a



b

Figure IV-6. Capuchons cassés a- Nylon, b- composite fibre de bois

#### IV.1.1.2. Essai de dureté

La figure IV-7 montre les résultats du test de dureté.

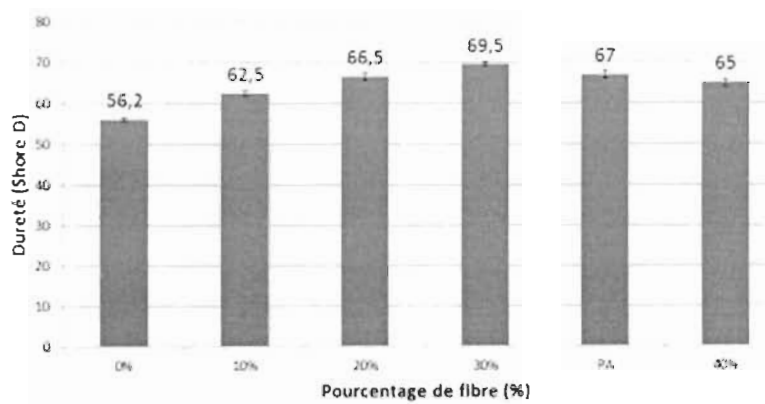


Figure IV-7. Courbe de tests de dureté Shore D

Lorsque le pourcentage de fibres augmente, le capuchon devient plus dur. Sur l'échelle D, les valeurs des pièces de 20, 30, 40 % ont dépassé 65, supérieure au minimum requis de 50; satisfaisant pour plusieurs pièces fabriquées à l'usine Selon le tableau de comparaison des échelles de dureté (Figure III-4).

Bien que la dureté du matériau soit similaire à celle du nylon, les pièces sont fragiles en flexion. Ces deux phénomènes peuvent s'expliquer par la perte d'élasticité de la résine et les propriétés mécaniques de la fibre. Le changement de la température de fusion, de la pression d'injection et de la température de la cavité ont profondément influencé l'aspect morphologique et mécanique des capuchons injectés.

#### **IV.1.2. Analyses et Interprétations des résultats du plan L4 de Taguchi**

##### **IV.1.2.1. Flexion**

###### **IV.1.2.1.1. Échantillons de flexion 40%**

Au cours du processus d'injection des échantillons de flexion, seuls les paramètres, température d'injection, pression d'injection, et temps de maintien sont variés sur 2 niveaux. Pour les tests de flexion, les 3 variables dépendantes Y sont le module de Young, contrainte maximale, allongement à la rupture et avec le L4 de Taguchi et les 5 répétitions de chaque essais, 20 échantillons au total ont été testés pour le mélange de 40% de fibre de bouleau. Ainsi, avec les résultats obtenus au cours des tests de flexion à savoir le module de Young, la contrainte maximale, et l'allongement à la rupture ont été traités et analysés par le programme Minitab. Le tableau (IV-5) nous montre les résultats obtenus.

**Tableau IV-5 : Résultats des échantillons de flexion 40%**

Température	Pression	Temps de refroidissement	Module de Young (GPa)	Contrainte max. (MPa)	Allongement rup (%)
200	13500	15	4,1815	62,4166	0,367073
200	15000	45	4,0657	63,4335	0,419291
180	13500	45	3,9994	61,0004	0,462260
180	15000	15	4,3391	60,7946	0,364276
200	13500	15	4,3609	66,0661	0,393934
200	15000	45	3,9466	61,0004	0,490198
180	13500	45	4,0016	61,6056	0,462260
180	15000	15	4,7050	61,0004	0,381470
200	13500	15	4,3507	66,0661	0,393934
200	15000	45	4,0039	63,6393	0,384051
180	13500	45	3,9894	61,0004	0,462260
180	15000	15	4,5189	61,2063	0,306693
200	13500	15	4,1795	62,4166	0,367073
200	15000	45	4,3363	63,6393	0,367930
180	13500	45	4,0553	62,0173	0,401675
180	15000	15	4,8561	63,8390	0,343006
200	13500	15	4,1353	62,4166	0,367286
200	15000	45	4,1534	63,6393	0,378681
180	13500	45	4,0453	62,0173	0,401675
180	15000	15	4,8179	62,4228	0,368794

Les résultats principaux pour interpréter un plan de Taguchi incluent les valeurs delta et de rang, les valeurs de p, les coefficients, les graphiques des effets principaux et les diagrammes des interactions. L'analyse des résultats principaux se fait en 3 étapes.

1- Identification du meilleur niveau pour chaque facteur de contrôle [344]



A cette étape, on utilise le rapport signal/bruit (S/B) pour identifier les paramètres de facteurs de contrôle qui minimisent la variabilité due aux facteurs de bruit. Minitab calcule le rapport S/B pour chaque combinaison de facteurs de contrôle. On choisit un rapport S/B parmi les quatre disponibles en fonction de l'objectif expérimental et des résultats que vous attendez du procédé (Tableau IV-6). Pour les plans statiques, Minitab offre quatre rapports signal/bruit :

**Tableau IV-6 : Possibles rapports signal/bruit [344]**

Rapport signal/bruit	Objectif de l'expérience	Caractéristiques des données	Formules du rapport signal/bruit
Préférer plus grand	Maximiser la réponse	Positives	$S/B = -10 \cdot \log(\Sigma(1/Y^2)/n)$
Préférer nominal	Cibler la réponse et baser le rapport signal/bruit sur les écarts types uniquement	Positives, nulles ou négatives	$S/B = -10 \cdot \log(\sigma^2)$
Préférer nominal (par défaut)	Cibler la réponse et baser le rapport signal/bruit sur les moyennes et les écarts types	Non négatives avec un "zéro absolu" et dans lesquelles l'écart type est nul lorsque la moyenne est nulle	$S/B = 10 \times \log ((\bar{Y}^2) \div \sigma^2)$ La formule ajustée est la suivante : $S/B = 10 \times \log ((\bar{Y}^2 - s^2 \div n) \div s^2)$
Préférer plus petit	Minimiser la réponse	Non négatives avec une valeur cible de zéro	$S/B = -10 \cdot \log(\Sigma(Y^2)/n)$

Puisqu' il faut maximiser les réponses à savoir le Module de Young, la Contrainte Maximale, et l'allongement à la rupture dans cette étude, c'est la première option du rapport signal/bruit (S/B) « préférer plus grand » qui est choisie.

Lorsque les valeurs d'un rapport signal/bruit (S/B) sont élevées, cela signifie que les paramètres de facteurs de contrôle limitent les effets des facteurs de bruit.

La valeur delta représente, pour chaque facteur, la différence entre la valeur de réponse moyenne la plus élevée et la plus petite. Minitab affecte des rangs à partir des valeurs delta ; le rang 1 est affecté à la valeur delta la plus élevée, le rang 2 à la deuxième valeur delta la plus élevée, et ainsi de suite, afin d'indiquer l'effet relatif de chaque facteur sur la réponse.

## 2 - Détermination des facteurs qui ont des effets statistiquement significatifs sur la réponse

Pour déterminer si l'association entre la réponse et chacun des termes du modèle est statistiquement significative, on compare la valeur de  $p$  du terme issue de l'Analyse du modèle linéaire au seuil de signification pour évaluer l'hypothèse nulle. En général, un seuil de signification (noté  $\alpha$  ou  $\alpha$ ) de 0,05 fonctionne bien. Un seuil de signification de 0,05 indique un risque de 5 % de conclure à tort qu'il existe une association.

Valeur de  $p \leq \alpha$  : l'association est statistiquement significative.

Si la valeur de  $p$  est inférieure ou égale au seuil de signification, on peut conclure qu'il existe une association statistiquement significative entre la variable de réponse et le terme.

Valeur de  $p > \alpha$  : l'association n'est pas statistiquement significative.

Si la valeur de  $p$  est supérieure au seuil de signification, vous ne pouvez pas conclure qu'il existe une association statistiquement significative entre la variable de réponse et le terme.

Il est sans doute nécessaire de réajuster le modèle sans le terme.

Le coefficient décrit l'importance et le sens de la relation entre un terme du modèle et la variable de réponse. La valeur absolue du coefficient indique la puissance relative de chaque facteur. Le nombre de coefficients calculés par Minitab pour un facteur correspond au nombre de niveaux moins un.

Les tableaux de réponses présentent la moyenne de chaque caractéristique de réponse pour chaque niveau de chaque facteur. Les tableaux incluent des rangs basés sur les statistiques delta, qui comparent la valeur relative des effets. La statistique delta est la moyenne la plus élevée moins la moyenne la plus basse pour chaque facteur. Minitab affecte des rangs à partir des valeurs delta ; le rang 1 est affecté à la valeur delta la plus élevée, le rang 2 à la deuxième valeur delta la plus élevée, et ainsi de suite. On utilise les moyennes de niveaux

des tableaux de réponses pour déterminer le niveau de chaque facteur qui fournit le meilleur résultat [344].

### 3 - Examen des effets de facteurs sous forme graphique

Minitab propose des graphiques des effets principaux et des diagrammes des interactions pour chaque caractéristique de réponse choisie.

#### **Graphique des effets principaux**

Les graphiques des effets principaux indiquent comment chaque facteur influe sur la caractéristique de réponse (rapport S/B<sub>0</sub>). Un effet principal se produit lorsque les différents niveaux d'un facteur affectent différemment la caractéristique. Pour un facteur à deux niveaux, on peut s'apercevoir qu'un niveau augmente la moyenne plus que l'autre. Cette différence est un effet principal.

Minitab crée le graphique des effets principaux en traçant la moyenne des caractéristiques pour chaque niveau de facteur. Ces moyennes sont identiques à celles affichées dans le tableau de réponses. Une ligne relie les points de chaque facteur. En observant cette ligne, on peut déterminer si un facteur donne ou non un effet principal.

-Lorsque la ligne est horizontale, il n'existe aucun effet principal. Chaque niveau de facteur influe sur la caractéristique de la même façon et la moyenne de la caractéristique est la même, quel que soit le niveau de facteur.

-Lorsque la ligne n'est pas horizontale, il existe un effet principal. Les différents niveaux du facteur influent différemment sur la caractéristique. Plus la différence entre les points relevés sur les ordonnées est grande (c'est-à-dire, moins la ligne est parallèle à l'axe des X), plus l'effet principal est important [344].

En comparant les pentes des lignes, on peut comparer l'importance relative des effets du facteur.

**-Module de Young en fonction de Température; Pression; Temps de refroidissement**

**Tableau IV-7 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps de refroidissement
1	12,70	12,31	12,93
2	12,39	12,78	12,16
Delta	0,31	0,47	0,77
Rang	3	2	1

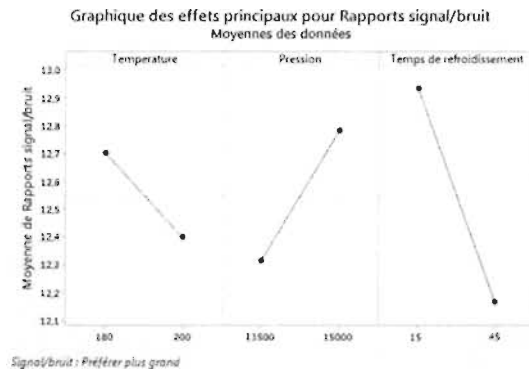
Dans ces résultats (tableau IV-7), on souhaite maximiser le rapport S/B .

Le facteur Temps de refroidissement (delta 0,77 ; rang = 1) a l'effet le plus important sur le rapport S/B, suivi de pression (delta 0,47 ; rang = 2), suivi du facteur température (delta 0,31 ; rang = 3).

**Tableau IV-8 : Analyse de la variance**

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Régression	3	1,1693	0,38976	18,98	0,000
Température	1	0,1303	0,13028	6,34	0,023
Pression	1	0,2987	0,29866	14,54	0,002
Temps de refroidissement	1	0,7404	0,74036	36,05	0,000
Erreur	16	0,3286	0,02054		
Total	19	1,4979			

Pour le rapport signal/bruit, tous les facteurs présentent une valeur de p inférieure à 0,05, donc sont tous statistiquement significatifs au seuil de signification de 0,05(tableau IV-8).



**Figure IV-8. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

Dans ces résultats, le graphique des effets principaux pour le rapport S/B (figure IV-8) indique que le temps de refroidissement a l'effet le plus important sur le rapport signal/bruit. En moyenne, les essais expérimentaux avec le temps de refroidissement 15s ont des rapports signal/bruit bien plus élevés que les essais expérimentaux avec le temps de refroidissement 45s. La température a un petit effet sur le rapport signal/bruit.

#### **Contrainte max. en fonction de Température; Pression; Temps de refroidissement**

**Tableau IV-9 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps de refroidissement
1	35,80	35,94	35,96
2	36,04	35,91	35,89
Delta	0,24	0,03	0,07
Rang	1	3	2

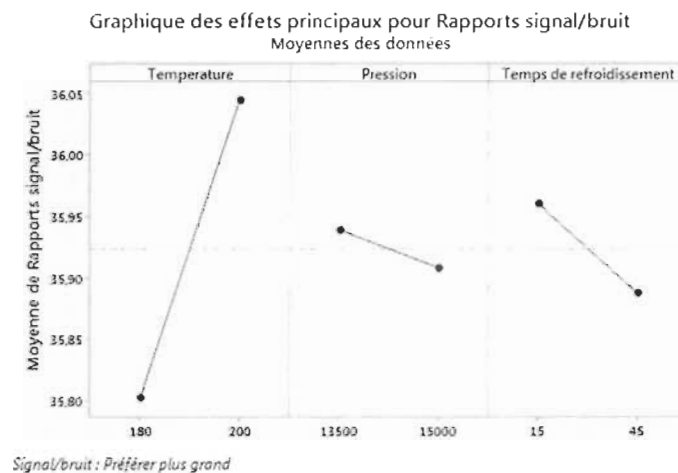
Dans ces résultats, on souhaite maximiser le rapport S/B .

Le facteur température (delta 0,24 ; rang = 1) a l'effet le plus important sur le rapport S/B, suivi de temps de refroidissement (delta 0,07 ; rang = 2), suivi du facteur pression (delta 0,03 ; rang = 3).

**Tableau IV-10 : Analyse de la variance**

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Régression	3	17,7823	5,9274	3,28	0,048
Température	1	15,8950	15,8950	8,79	0,009
Pression	1	0,2899	0,2899	0,16	0,694
Temps de refroidissement	1	1,5973	1,5973	0,88	0,361
Erreur	16	28,9463	1,8091		
Total	19	46,7286			

Pour le rapport signal/bruit, seul le facteur température présente une valeur de p inférieure à 0,05, donc statistiquement significatif (tableau IV-10).



**Figure IV-9. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

Dans ces résultats, le graphique des effets principaux pour le rapport S/B indique que la température a l'effet le plus important sur le rapport signal/bruit de la contrainte max. En moyenne, les essais expérimentaux avec la température 200°C ont des rapports signal/bruit bien plus élevés que les essais expérimentaux la température 180°C. La pression a un petit effet sur le rapport signal/bruit.

## Allongement rup en fonction de Température; Pression; Temps de refroidissement

Tableau IV-1 : Réponses pour les rapports signal/bruit

Niveau	Température	Pression	Temps de refroidissement
1	-8,179	-7,850	-8,798
2	-8,196	-8,525	-7,577
Delta	0,016	0,674	1,220
Rang	3	2	1

Dans ces résultats, on souhaite maximiser le rapport S/B.

Le Temps de refroidissement (delta 1.22 ; rang = 1) a l'effet le plus important sur le rapport S/B, suivi de la pression (delta 0,674 ; rang = 2), suivi du facteur température (delta 0,016 ; rang = 3).

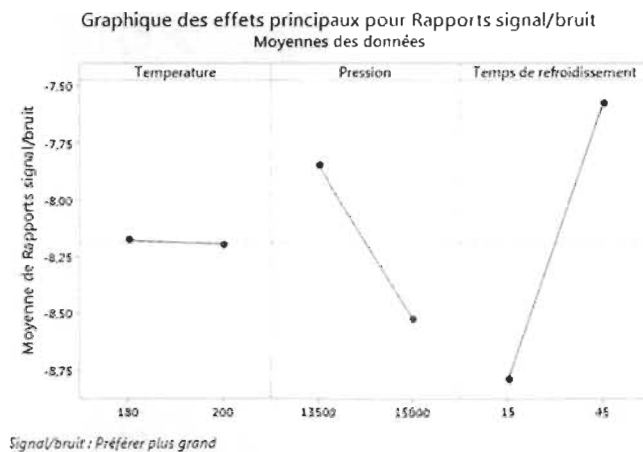


Figure IV-10. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

Dans ces résultats, le graphique des effets principaux pour le rapport S/B indique que le temps de refroidissement a l'effet le plus important sur le rapport signal/bruit de l'allongement à la rupture. En moyenne, les essais expérimentaux avec Tr 45s ont des

rapports signal/bruit bien plus élevés que les essais expérimentaux Tr 15s. La température n'a presque aucun effet sur le rapport signal/bruit.

**Tableau IV-12 : Analyse de la variance**

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,000031	0,000031	0,03	0,872
Pression	1	0,003782	0,003782	3,25	0,090
Temps de refroidissement	1	0,016631	0,016631	14,29	0,002
Erreur	16	0,018620	0,001164		
Total	19	0,039065			

Pour le rapport signal/bruit, seul le facteur Tr présente une valeur de p inférieure à 0,05, donc statistiquement significatif.

Pour les autres essais de flexion (10, 20, 30%), traction (10, 20, 30%) et Izod (10, 20, 30 et 40%), les tableaux des résultats expérimentaux, de rapport signal/bruit, d'analyse de variance et le graphique des effets principaux pour le rapport S/B sont compilés dans la partie annexe (la fin du mémoire de la thèse). Il s'en suit dans le prochain chapitre un tableau récapitulatif de ces résultats expérimentaux, de rapport signal/bruit, d'analyse de variance et le graphique des effets principaux pour le rapport S/B qui sera amplement discuté.

#### **IV.1.2.2. Discussion des résultats de l'analyse Taguchi**

Le tableau IV-13, résume l'influence de chaque paramètre de moulage par injection (température d'injection, pression d'injection et temps de refroidissement) étudié sur les propriétés mécaniques, à savoir le module de Young (ou de flexion), la contrainte maximale, l'allongement à la rupture et l'énergie de rupture.



**Tableau IV-13 : Tableau récapitulatif des résultats de l'analyse Taguchi**

Essais de flexion							
% de fibre		Module de Young		Contrainte max.		Allongement à la rupture	
	<i>Facteurs</i>	<i>Ampleur des facteurs</i>	<i>Niveau important</i>	<i>Ampleur des facteurs</i>	<i>Niveau important</i>	<i>Ampleur des facteurs</i>	<i>Niveau important</i>
<b>10%</b>	Temp.	++	200	+++	200	Pas de rupture	Pas de rupture
	Pression.	+	15000	++	15000	Pas de rup	Pas de rup
	Temps de refroi.	+++	45	+	15	Pas de rup	Pas de rup
<b>20%</b>	Temp.	++	200	++	200	Pas de rup	Pas de rup
	Pression.	+	13500	+	15000	Pas de rup	Pas de rup
	Temps de refroi.	+++	15	+++	15	Pas de rup	Pas de rup
<b>30%</b>	Temp.	++	180	+	180	++	200
	Pression.	+++	13500	+++	13500	+++	13500
	Temps de refroi.	+	15	++	15	+	15
<b>40%</b>	Temp.	+	180	+++	200	+	180
	Pression.	++	15000	+	13500	++	13500
	Temps	+++	15	++	15	+++	45

Essais de Traction							
% de fibre		Module de Young (Module de flexion)		Contrainte max.		Allongement à la rupture	
	Facteurs	Ampleur des facteurs	Niveau important	Ampleur des facteurs	Niveau important	Ampleur des facteurs	Niveau important
10%	Temp.	++	200	+++	180	Pas de rup.	Pas de rup
	Pression.	+	13500	++		Pas de rup	Pas de rup
	Temps de refroi.	+++	15	+		Pas de rup	Pas de rup
20%	Temp.	+++	200	++	200	+++	180
	Pression.	+		+	13500	+	
	Temps de refroi.	+++	15	+++	15	+++	45
30%	Temp.	+++	180	+++	180	+++	200
	Pression.	+		++		+	13500
	Temps de refroi.	++	15	+		++	15
Essais d'Izod							
% de fibre	Facteur	Energie à la rupture					
		Ampleur des facteurs			Niveau important		

<b>10%</b>	Temp.	+++	180
	Pression.	+	15000
	Temps	++	15
<b>20%</b>	Temp.	+++	180
	Pression.	+	15000
	Temps de refroi.	++	15
<b>30%</b>	Temp.	++	180
	Pression.	+	13500
	Temps	+++	15
<b>40%</b>	Temp.	+++	180
	Pression.	+	13500
	Temps	++	15

**+++ facteur le plus important**

**++ second facteur important**

**+ troisième facteur important**

**-Les colonnes vides dans la partie Niveau important signifient qu'il n'y a pas un niveau qui se dégage comme important**

### **La température d'injection**

Facteur le plus important sur les échantillons de 10, 20, 40% et le second important facteur pour les échantillons de 30%, la température d'injection est le paramètre le plus important qui a influencé sur l'énergie de rupture dans l'essai d'Izod.

-Le niveau de température 180°C est la température qui contribue à l'optimisation de l'énergie de rupture dans les essais d Izod. Le niveau de température 200°C influence au contraire négativement sur l'énergie de rupture. On peut stipuler qu'on assiste déjà à 200°C à un début de dégradation des fibres.

- La température d'injection est dans la plupart des cas le second paramètre important dans les essais de flexion et de traction. Néanmoins, elle reste le paramètre le plus important surtout pour les propriétés mécaniques comme la contrainte maximale (flexion 10%, 40%, Traction 10% et 30%).

- On remarque cette tendance pour les essais de traction et de flexion que le niveau de température 200°C est la température qui optimise pour les échantillons de 10 et 20% de fibre et le niveau de température 180°C pour les échantillons de 30 et 40%. On peut en conclure que l'augmentation de la température de 180°C à 200°C affecte négativement les échantillons qui ont un taux de fibre très élevé et que procéder avec une température un peu élevée voire la température du traitement de la résine vierge peut être bénéfique pour les échantillons à faible taux de fibre. Lorsque le taux de fibre augmente, il est préférable de diminuer la température. Ce constat est déjà décrit par C. Fecteau et al. qui ont trouvé que la température a un effet décroissant. À mesure que la température d'injection augmente, le module de Young diminue pour les composites [42, 59]. P.S.M. Megat-Yusoff et al. en étudiant l'effet de la température d'injection sur le composite du HDPE et le Grappe de fruits vides de palmier à huile HDPE (EFB) ont aussi trouvé que les propriétés mécaniques du HDPE (EFB) sont influencées par la température d'injection. La résistance à la traction, par exemple, diminue de 5% pour chaque incrément de la température d'injection. Une tendance similaire est observée avec la résistance à la rupture des composites. Une température d'injection plus élevée a entraîné une diminution manifeste de la résistance à la rupture. La résistance à la flexion est la plus affectée (62%) par l'augmentation de la température d'injection. La diminution continue de la résistance à la flexion est observée à mesure que la température augmente. Les composites (EFB) -HDPE à une température d'injection plus élevée ont montré un impact négatif sur la résistance à la traction, à la rupture et à la flexion des composites. L'utilisation d'une haute température d'injection a entraîné une dégradation induite par la chaleur de la fibre [50, 67]. S. Panigrahi

et al. ont étudié le comportement d'absorption d'eau du bio composite en polyéthylène et de fibre de lin et ont aussi conclu que, lorsque le bio composite comprenait moins de 20% de fibres de lin, le changement de température d'injection n'entraînait pas une grande différence sur l'absorption d'eau. Mais lorsque la teneur en fibres a augmenté de 20 à 30%, l'absorption d'eau était évidemment influencée par la température d'injection. Il y a eu une augmentation de l'absorption d'eau lorsque la température d'injection était supérieure à 195 ° C. En effet, à plus grande température, la dégradation des fibres s'est produite, de sorte que plus de pores ont été formés entre l'interface fibre et matrice, ce qui a favorisé l'entrée d'eau dans les bio composites. Les auteurs ont conclu que, pour obtenir un composite avec de bonnes propriétés mécaniques, une température d'injection plus faible devrait être utilisée, tant que le polymère est bien fondu.

### **La pression d'injection**

-La pression d'injection est le paramètre qui influence le moins parmi les 3 paramètres étudiés pour les énergies de rupture dans les essais d' Izod.

-Le niveau de pression 13500 Psi optimise l'énergie de rupture des échantillons de 30 et 40% de fibres et le niveau de pression 15000 Psi optimise l'énergie de rupture des échantillons de 10 et 20% de fibres.

-La pression d'injection est le facteur qui influence le moins parmi les 3 paramètres étudiés pour les essais de flexion et de traction. S. Panigrahi et al ont rapporté le même constat dans leur étude sur bio composites HDPE+ fibre de lin que la pression d'injection n'a eu aucune influence significative sur les propriétés mécaniques comme la résistance à la traction du composite [40, 42].

- Cependant elle est le paramètre le plus important pour les essais de flexion des échantillons de 30%. et le niveau de pression 13500 Psi optimise le module de Young, la contrainte maximale ainsi que l'allongement à la rupture.

- Le niveau de pression 13500 Psi est le niveau qui optimise plus les propriétés mécaniques pour les essais de traction et de flexion., le niveau de pression 15000 Psi optimise le moins.

- Le niveau de pression 15000 Psi est la pression maximale de la presse à injection qui est utilisée pour cette étude. Elle est insuffisante pour produire les échantillons de traction (la

quantité de matériaux requise est plus importante) de 40% de fibres. Elle est insuffisante pour remplir le moule donnant ainsi des échantillons avec des défauts et des parties manquantes. Une augmentation de la température de 200°C à 210° C a permis d'obtenir de meilleurs échantillons. B.R. Bharath Kumar et al. avec leurs études menées sur les composites du HDPE avec du Cénosphere ont constaté un remplissage incomplet de la cavité du moule à de faibles pressions pour des températures de 160 et 180 °[40, 42 ].

### **Le temps de refroidissement**

-Le temps de refroidissement est le second paramètre important pour l'énergie de rupture dans les essais Izod. Le niveau temps de refroidissement 15s est le niveau qui optimise l'énergie de rupture.

- Le temps de refroidissement est le paramètre le plus important pour optimiser les propriétés mécaniques pour les essais de flexion et de traction et le niveau 15s est le niveau qui optimise le module de Young, la contrainte maximale ainsi que l'allongement à la rupture.

Le temps de refroidissement est en général un paramètre rarement étudié pendant le processus de moulage par injection des composites et surtout les composites à base de HDPE. Il est souvent maintenu constant au cours du processus de moulage comme C. Fetecau et al qui l'ont maintenu à 30s au cours du processus de moulage d'injection du (LDPE-MWNT) [5, 59]. L'influence très importante du temps de refroidissement sur le processus de fabrication des échantillons à fibre de bouleau dans cette thèse n'est pas aussi étonnante quand on se réfère aux taux de cristallinités des dits composites. En effet, le taux de cristallinité du HDPE utilisé dans cette étude avoisine 70%. HDPE+10wt% FB et HDPE+20wt% FB ont un degré de cristallinité légèrement supérieur (76%, 72%) à celui de HDPE vierge. C'est seulement le HDPE+30wt% FB qui montre un degré de cristallinité légèrement inférieur (68%) à celui de HDPE vierge (voir la partie impression 3D). Avec un taux de cristallinité aussi élevé pour les composites, un temps de refroidissement rapide ou lent influencera sur le processus de cristallisation. Lors de la cristallisation d'un polymère ou d'un composite à matrice polymère, la masse fondue du polymère se solidifie,

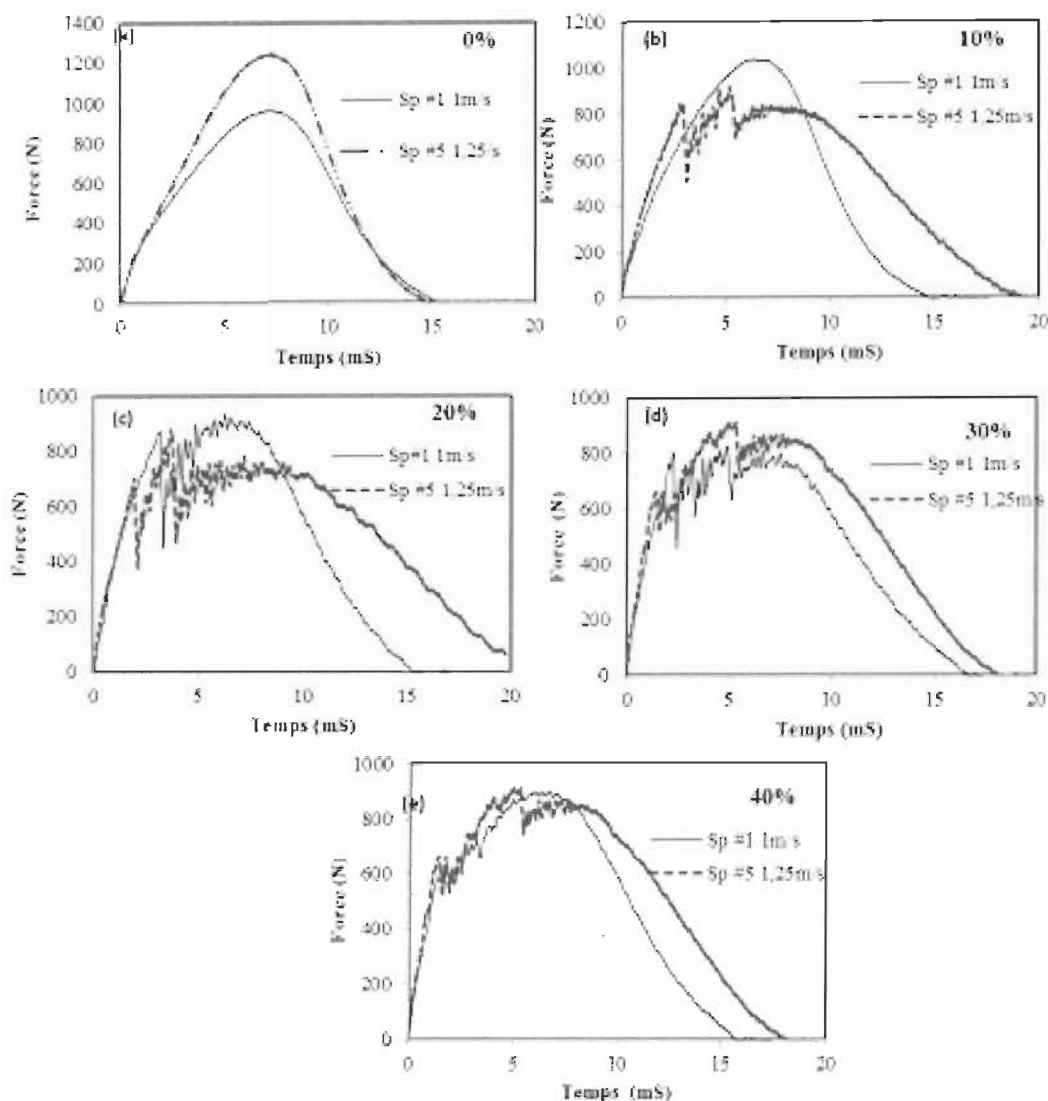
il se produit un ordonnancement partiel des chaînes moléculaires dans ce polymère. À partir des noyaux de cristallisation, les chaînes moléculaires s'empilent sous forme de plis et forment ce que l'on appelle des lamelles. Ce sont les blocs de construction à partir desquelles d'autres unités structurelles telles que les sphérulites sont formées. La formation de cristallites dépend des conditions de refroidissement, des additifs et des charges mélangés au polymère, ainsi que des conditions d'écoulement pendant la solidification [353]. Lors de la cristallisation et pendant la solidification de la masse fondue, les facteurs externes qui influencent le taux de cristallisation d'un polymère sont la température de cristallisation et la vitesse de refroidissement [353]. Or, celui qui parle de vitesse de refroidissement fait forcément mention de temps de refroidissement. Les additifs et les charges affectent grandement la cristallisation en agissant comme des graines de nucléation et peuvent augmenter le taux de cristallisation. Les composites utilisés dans cette étude, ayant les taux de cristallinités très élevés, sont forcément influencés et d'une façon très significative par le temps de refroidissement. L'utilisation d'un HDPE avec un taux de cristallinité inférieur ou l'utilisation du MDPE ou LDPE comme matrice ne commanderait pas une influence aussi importante du temps de refroidissement dans le processus du moulage par injection pour la fabrication des éprouvettes. Mais les propriétés mécaniques de ces nouveaux composites (à base du MDPE, LDPE) diminueraient drastiquement puisque la cristallinité influence les propriétés optiques, mécaniques, thermiques et chimiques du polymère et du composite. Les propriétés mécaniques du polymère résultent en effet des propriétés des régions cristalline et amorphe. Plus la proportion de cristallites fortement tassées est élevée, plus le composant est dur, mais également plus il est fragile. Pour la production d'objets en plastique, une certaine cristallinité est tout à fait souhaitable car elle est responsable de la stabilité du plastique. Les zones amorphes, d'autre part, sont nécessaires pour conférer aux matériaux une certaine élasticité et résistance aux chocs [353].

#### **IV.1.3. Essais d'impact de puits de chute**

Les courbes d'absorption de force de la figure 4 montrent les phénomènes de chute libre, d'arrêt et de rebond décrits par G. Belingardi et R. Vadori [345], qui soulignent que si

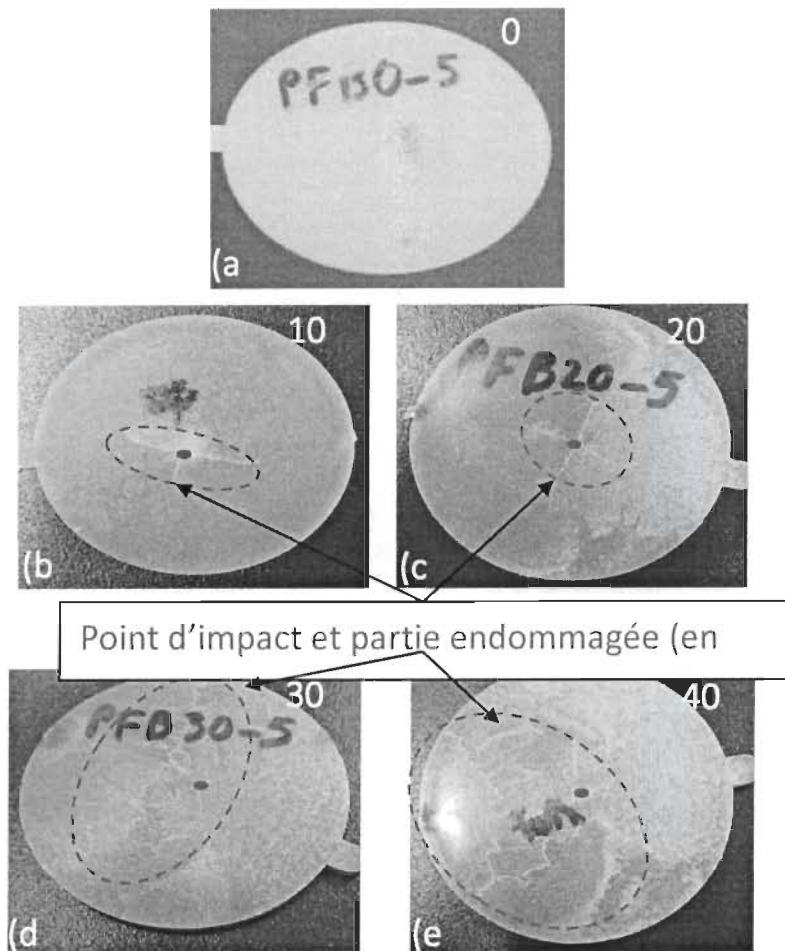
l'énergie absorbée par l'échantillon n'est pas trop importante, un rebond se produit sans saturation ni perforation. Le temps de « fin de contact » est l'instant où la force entre l'éprouvette et la fléchette revient à zéro. Pour les tests de puit de chute, cinq échantillons de chaque composition (HDPE vierge, les quatre mélanges de fibre de bois / HDPE) ont été testés, quatre à une vitesse d'impact de 1 m / s et un à 1,25 m / s. Dans le cas des composites HDPE / fibre de bois (Figure IV-11 b – e), l'évolution du temps comporte deux seuils, un premier où la courbe ascendante baisse fortement suivie d'une hausse marquée par de grandes oscillations, et une seconde baisse similaire suivie d'une montée avec une pente plus basse. Ces caractéristiques indiquent que le dommage initial au matériau était réversible et que la récupération après le deuxième dommage n'était que partielle [345]. Les courbes obtenues pour le HDPE vierge n'ont pas de telles caractéristiques (Figure IV-11 a), ce qui signifie que le matériau n'a subi aucun dommage. Le composite contenant 10% de fibres de bouleau n'a également subi aucun dommage à une vitesse de 1 m / s (Figure IV-11 bb). L'endommagement initial s'est produit à des forces d'environ 850 N, 700 N, 660 N et 600 N dans des composites contenant respectivement 10%, 20%, 30% et 40% de fibres de bouleau.





**Figure IV-11. Essais d'impact à faible vitesse à 2,56 J: (a) HDPE vierge, (b) 10% de fibre de bouleau, (c) 20% de fibre de bouleau, (d) 30% de fibre de bouleau, (e) 40% de fibre de bouleau**

Les données graphiques sont cohérentes avec l'apparence des échantillons sur les photographies (Figure IV-12). Des fissures sont visibles dans les composites (Figure IV-12 b – e), tandis que le HDPE vierge apparaît intact (Figure IV-12 a).



**Figure IV-12. Aspect des échantillons après les essais de choc : (a) HDPE vierge, (b) 10% de fibre de bouleau, (c) 20% de fibre de bouleau, (d) 30% de fibre de bouleau, (e) 40% de fibre de bouleau.**

La valeur de résistance maximale peut également être obtenue à partir du diagramme force-déplacement (Figure IV-13). Il augmente avec l'énergie d'impact jusqu'à ce que le deuxième dommage se produise, puis tombe soudainement. Il représente la capacité de charge maximale du matériau [345]. La séparation entre les courbes de déchargement et de chargement indique que tous les échantillons ont absorbé une fraction significative de l'énergie d'impact [346]. Une comparaison visuelle de la résistance maximale obtenue pour les matériaux testés est présentée à la figure IV-14. Le composite contenant 10% de fibre de bouleau a la meilleure capacité de charge maximale, suivi du PE vierge.

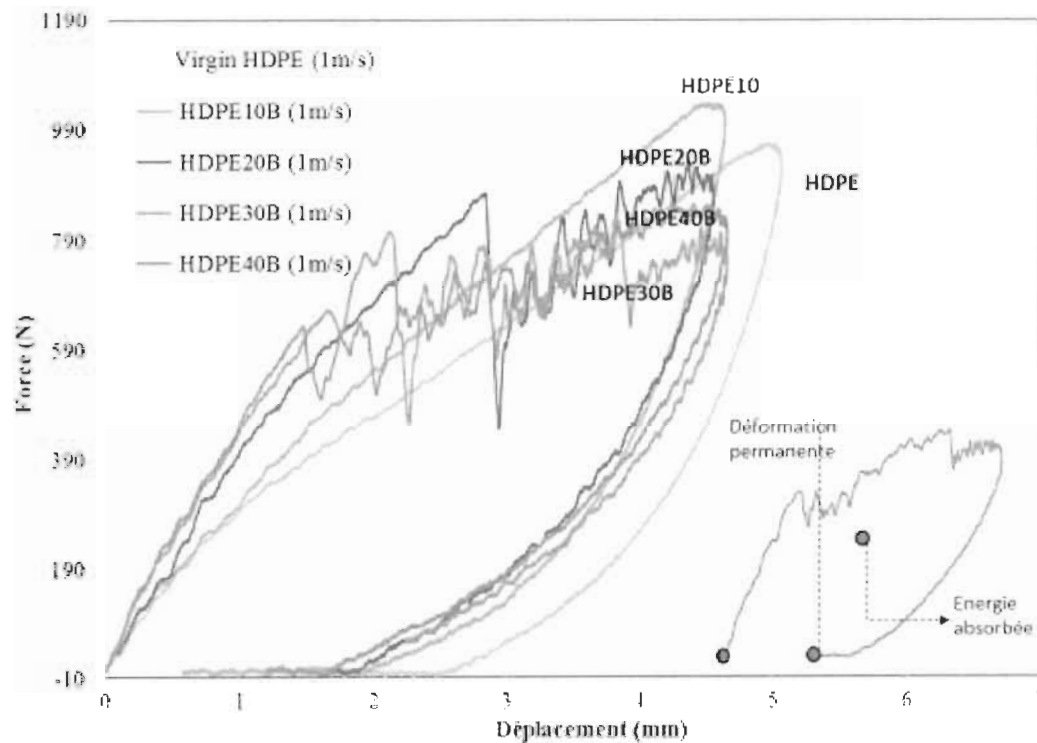
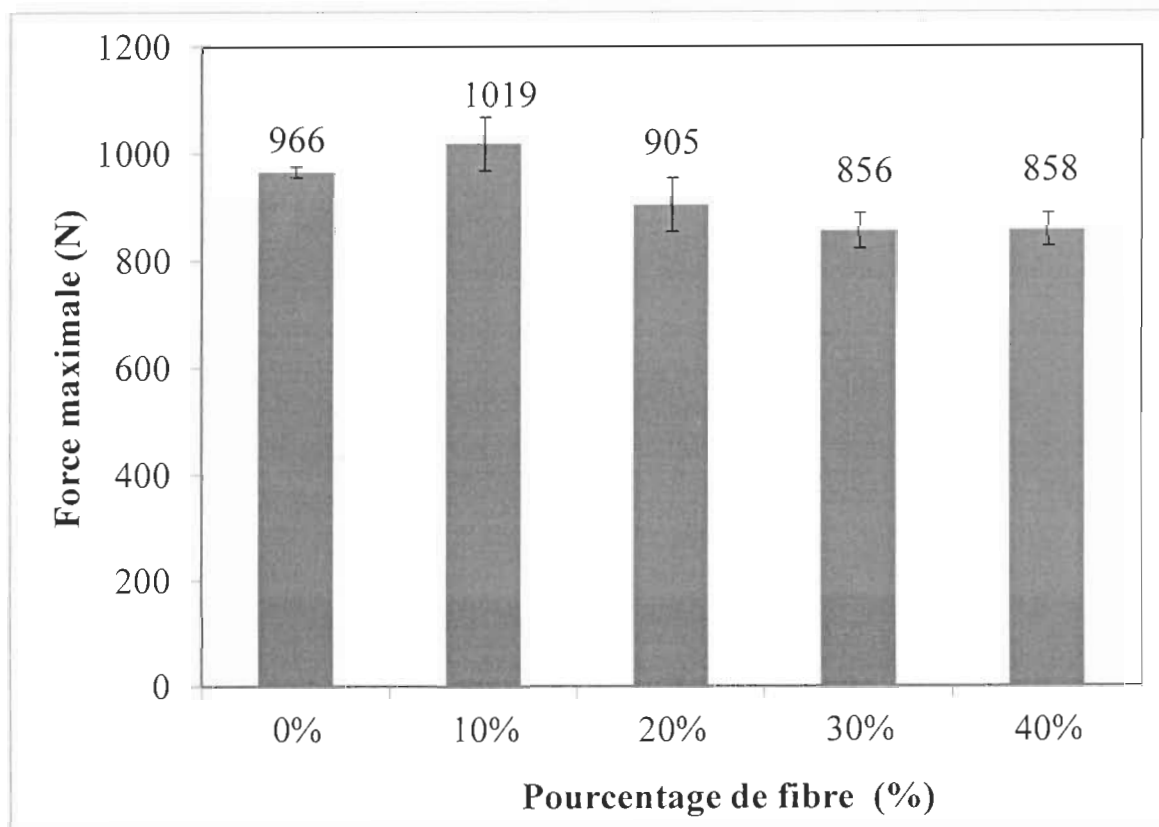


Figure IV-13. Courbe Force/Déplacement



**Figure IV -14. diagramme de la Force d'impact maximale supportée par les matériaux composites HDPE / bois (à une vitesse d'impact de 1 m / s)**

La figure IV-15 montre le comportement global des matériaux composites lors de l'essai d'impact. La partie ascendante représente la phase d'absorption et la partie descendante représente la phase de restitution partielle en termes d'énergie cinétique nécessaire au rebond [347]. Le tableau IV-14 et la figure IV-16 montrent que l'énergie absorbée est la plus élevée dans le cas du PE vierge suivi du composite contenant 10% de fibres de bouleau. Le composite contenant 40% de fibres de bouleau absorbait le moins d'énergie [347].

Sur la base de la théorie de la mécanique de la rupture, l'énergie de rupture totale absorbée lors de l'impact doit être proportionnelle aux dommages subis. La définition classique de la résistance aux chocs est la capacité d'un matériau à absorber l'énergie sans rupture, la ténacité du matériau étant proportionnelle à l'énergie absorbée avant la rupture. Dans cette étude, la ténacité était maximale pour le PE vierge et minimale pour le composite de fibres de bouleau à 40%.

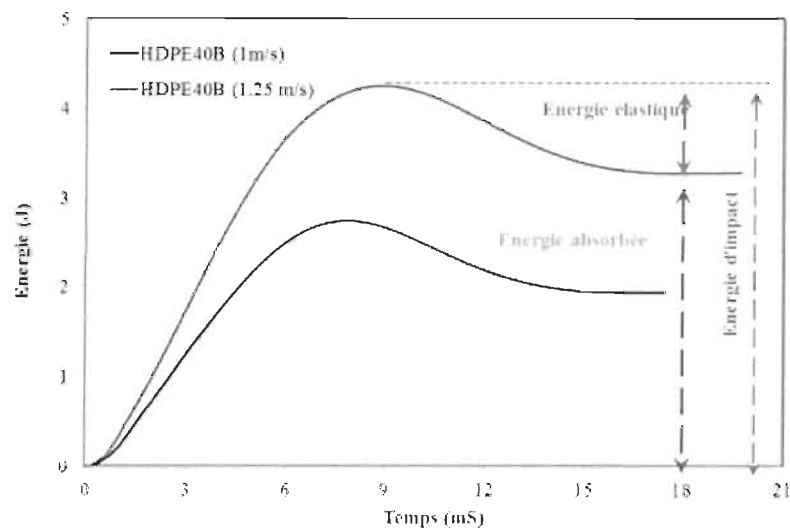


Figure IV-15. Bilan d'énergie pendant l'essai d'impact

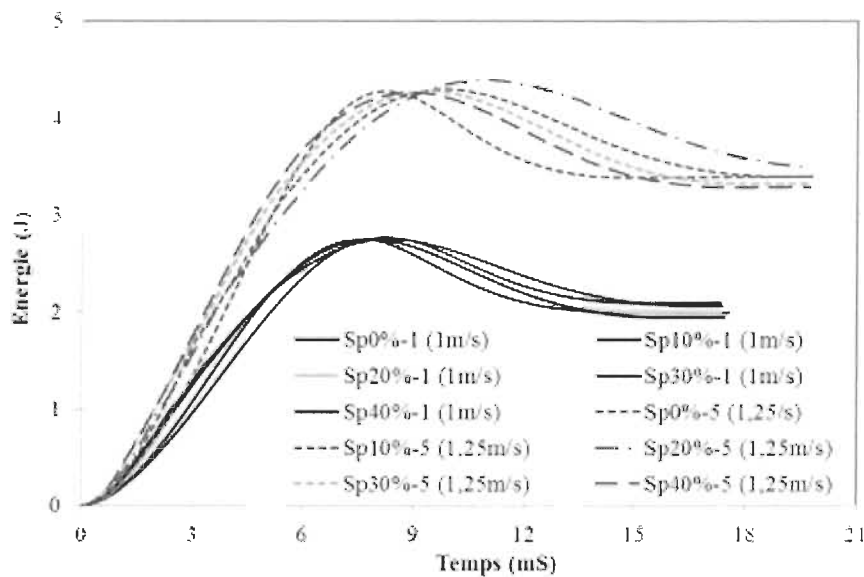


Figure IV-16. Diagramme d'Energie/temps

L'énergie d'impact  $E_{max}$  (tableau IV-14), c'est-à-dire la quantité maximale d'énergie que l'échantillon peut stocker sous forme d'énergie de déformation élastique interne ou se dissiper via une déformation plastique ou une fragmentation (c'est-à-dire l'énergie nécessaire pour arrêter la fléchette dans les cas de rebond) et la déformation permanente

était également la plus élevée pour le PE vierge [347-352]. La déformation permanente était la plus faible pour les composites contenant 40% de fibres de bouleau. Le rapport  $\mu$  de l'énergie dissipée (donc irrécupérable) à  $E_{max}$  indique le degré d'endommagement. Il était toujours inférieur à 1,0, ce qui prouve qu'un rebond s'est produit chez tous les échantillons.

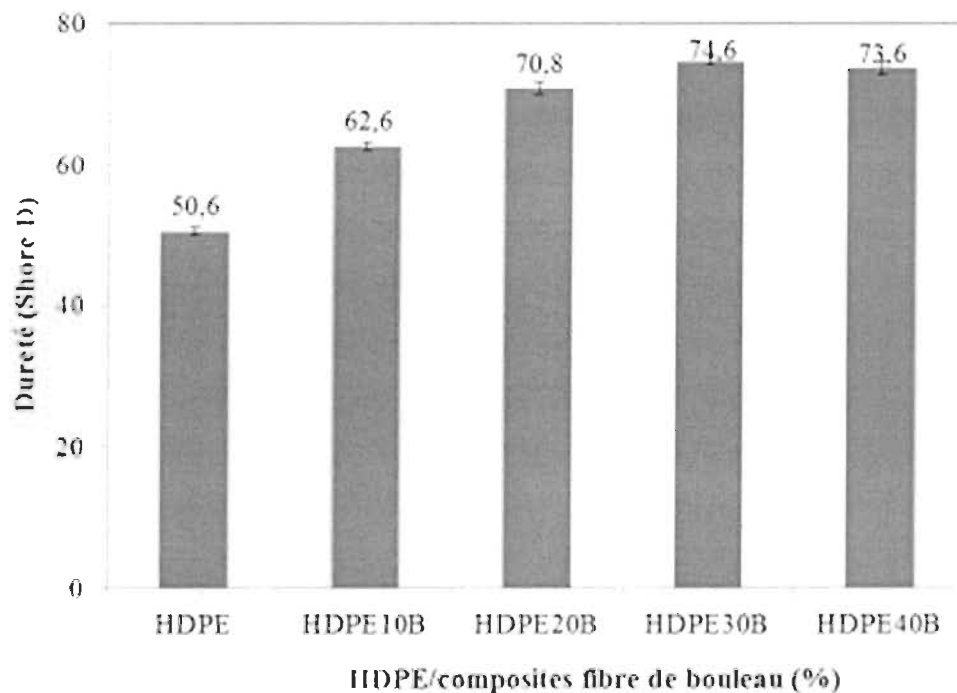
**Tableau IV-14: Énergie maximale, énergie absorbée, valeur du degré d'endommagement**

<b>Fiber (%)</b>	<b>Energie maximale (J)</b>	<b>Energie absorbée (J)</b>	<b>Deformation permanente (mm)</b>	<b>Degré d'endommagement, <math>\mu</math></b>
0	2.75	2.09	2.62	0.76
10	2.75	2.04	1.94	0.74
20	2.75	2.01	1.89	0.73
30	2.75	2.04	1.81	0.74
40	2.75	1.97	1.66	0.71

#### **IV.1.4. Essai de dureté**

La dureté a été testée pour le HDPE vierge et des composites de 10%, 20%, 30% et 40%. Les résultats montrent que l'ajout de 10%, 20%, 30% et 40% de fibres au HDPE vierge a augmenté la dureté de 50,6 (shore D) pour la vierge à 73,6 (shore D) pour les 40%, ce qui représente une augmentation de 46,64%. La valeur de dureté la plus élevée de 74,6 est atteinte avec une charge de fibres de 30%, soit une augmentation de 48,62% Figure IV-17 Cette légère diminution de la dureté de 30% à 40% de fibre est due au fait que les propriétés mécaniques des fibres se dégradent sous l'influence de paramètres d'injection tels que la température et la pression d'injection. En effet, pour obtenir des échantillons sans défaut de

40% de fibre, la température et la pression du procédé de moulage par injection ont été augmentées. Cela a permis une bonne viscosité et un bon écoulement des granules fondus dans la vis d'injection, mais en même temps brûle les fibres. Cette légère diminution de la dureté de 30% à 40% de fibres peut également s'expliquer par la portée maximale de la teneur en fibres dans le composite. Wich B. Bax et al. ont déjà prouvé et expliqué qu'il existe une corrélation proportionnelle entre le module et la dureté. En effet, la dureté est fonction du volume et du module relatifs des fibres. Dans cette étude, les modules de traction et de flexion augmentent avec l'augmentation de la charge des fibres. Des études antérieures ont rapporté la même tendance [347-352].



**Figure IV-17. Diagramme de l'essai de dureté**

## **IV.2. Impression 3D et caractérisation**

Pour utiliser les tiges dans un processus FDM, le système d'alimentation en filaments a été modifié en tournant le tube d'alimentation verticalement pour obtenir une connexion étroite sans espace entre les tiges individuelles. Cette modification a entraîné un transport constant, régulier et continu des tiges individuelles dans l'imprimante. Ainsi, l'ensemble du processus d'impression FDM reste similaire à l'impression d'un filament FDM continu commercial. Le HDPE, les composites à fibre de bouleau (HDPE+10wt% FB, HDPE+20wt% FB, HDPE+30wt% FB, HDPE+40wt% FB) ont été transformés en tiges (tige et imprimés en 3D. La géométrie du tube carré a été choisie en raison de sa simplicité et de sa faible consommation de matière. Avec cette géométrie monocouche à paroi mince, la déformation de la paroi latérale est très prononcée et permet la visualisation et l'évaluation quantitative à l'aide de mesures géométriques simples. De plus, les tests de traction des échantillons le long et perpendiculairement à la direction d'impression fourniront des informations directes sur la force de liaison de la couche.

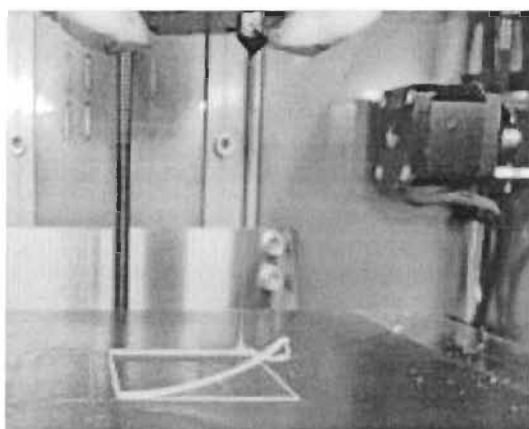
### **IV.2.1. Impression 3D du HDPE vierge**

La figure IV-18 montre le dépôt des premières couches du HDPE sur le lit d'impression, le P-surface de Ppprint GmbH dont le matériau de base est le PP à une température de 25 °C. On constate qu'il y a une adhésion modérée de la première couche avec le lit d'impression en PP et le cube s'est détaché plus ou moins facilement du lit d'impression sans être endommagé.

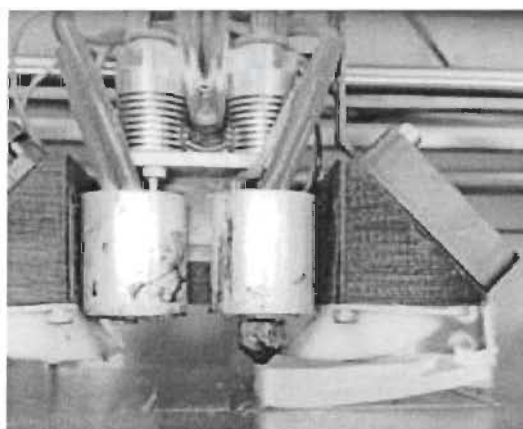
Comme déjà rapporté dans d'autres études, l'adhésion de la première couche à la plateforme de construction (lit d'impression) est l'une des principales limites du processus des polyoléfines en particulier le PP. Il a été constaté que les polyoléfines ne respectent pas la norme des substrats de lit d'impression ME-AM, tels que les miroirs en verre ou les rubans en polyimide, principalement en raison du manque de groupes fonctionnels de surface, de la faible énergie de surface et de la faible polarité. Il s'en suit parfois un délaminage de la



première couche et pour contrecarrer un éventuel délaminage de la première couche déposée, la plupart des chercheurs recommandent de déposer des filaments à base de PP sur des substrats en PP. Cependant, suggèrent- t -ils des précautions particulières doivent être prises afin de ne pas souder la première couche déposée sur la plate-forme de construction en PP, ce qui peut entraîner un endommagement complet du composant imprimé en 3D lors du retrait de la pièce. Les stratégies pour contrer ce problème concernent le choix de lit d'impression avec une énergie de surface légèrement différente ainsi qu'une polarité mais une composition chimique similaire. Pour Caneiro et al, la plaque PP devait être prétraitée en frottant d'abord sa surface avec une brosse en acier et ensuite le nettoyer avec de l'alcool. Cette solution est basée sur une approche similaire utilisée dans le soudage thermique du PP, pour fournir une forte adhérence entre les pièces. L'utilisation d'une plaque en PP pour l'impression du HDPE dans cette étude a garanti la compatibilité chimique et une polarité presque semblable entre le matériau de la pièce imprimée et le lit d'impression, ce qui a entraîné une adhésion modérée de la première couche avec le lit d'impression et le détachement de la pièce imprimée [279-282, 251, 252].



a



b

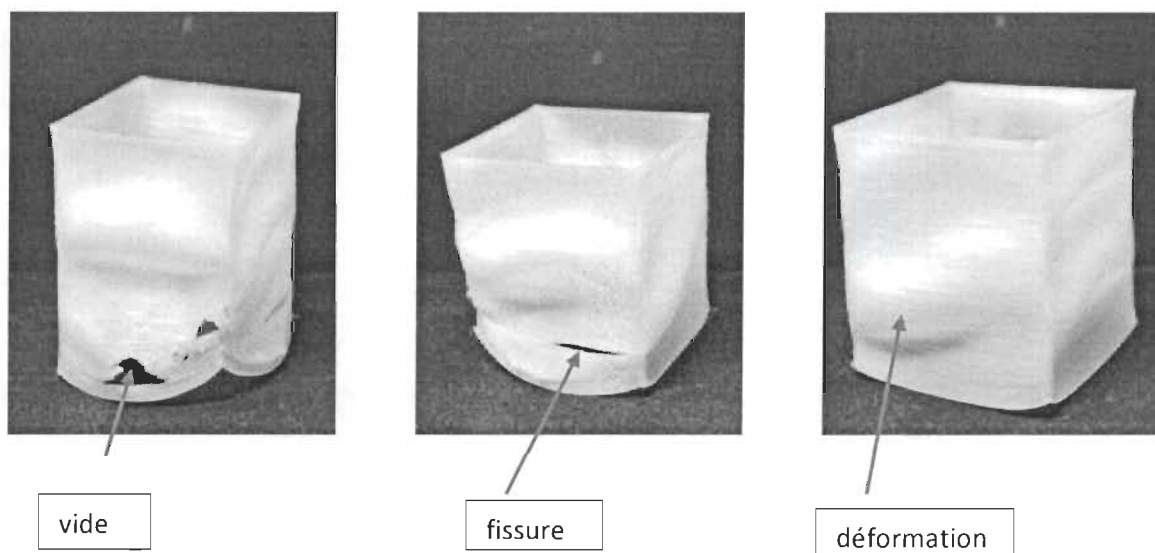
**Figure IV-18. a et b-Dépôt des premières couches de HDPE sur le lit d'impression**

La figure IV-19 montre les cubes HDPE imprimés en 3D. Les déformations des parois sont très prononcées occasionnant parfois le vide et les fissures.

Ces résultats sont plus ou moins attendus puisque déjà décrits par plusieurs auteurs qui ont déjà essayé d'imprimer le HDPE. En effet, Mulhaupt et al. ont écrit que dans les procédés

FFF conventionnels, l'impression du HDPE provoque des vides qui indiquent une mauvaise adhérence entre les brins. Cela altère considérablement les propriétés mécaniques et optiques et explique l'anisotropie massive des propriétés mécaniques qui dépendent fortement de la direction et des voies d'impression grandes et malgré les variations des paramètres, aucune amélioration sensible n'a été obtenue. De plus, le dépôt couche par couche n'a pas été réalisé, ce qui a occasionné du vide et des fissures dans les cubes obtenus [279].

Pour un polymère fondu qui se refroidit, son volume à savoir le volume libre entre les chaînes macromoléculaires et le volume vibratoire diminue, tant que la température est supérieure à la température de transition vitreuse. Il en résulte un retrait du matériau. Les polymères amorphes tels que l'ABS présentent une faible diminution du volume spécifique jusqu'à sa température de transition vitreuse pendant le refroidissement. Les polymères semi-cristallins tels que le PP, le HDPE, cependant, révèlent un changement drastique de volume spécifique dans la région de cristallisation des chaînes de polymère, puisque les structures du cristal formé le rendent considérablement plus denses que les structures amorphes à l'état fondu. En raison du changement considérablement plus élevé du volume sur une certaine plage de température par rapport aux matériaux amorphes, le HDPE a tendance à rétrécir beaucoup plus que l'ABS, surtout si son degré de cristallinité  $\alpha_{Cr}$  est élevé. Lorsque les pièces en polymère rétrécissent différemment ou anisotrope à diverses positions, par exemple, en raison d'un refroidissement inhomogène ou non uniforme, ou en raison d'une autre quantité de retrait dans l'écoulement et la direction d'écoulement transversal, qui est presque omniprésente pour les polymères semi-cristallins imprimés en 3D, la pièce fabriquée est sujette à la déformation. Des thermoplastiques qui révèlent un retrait volumétrique important et des degrés élevés de cristallinité sont particulièrement sensibles à la déformation [255-260, 53].



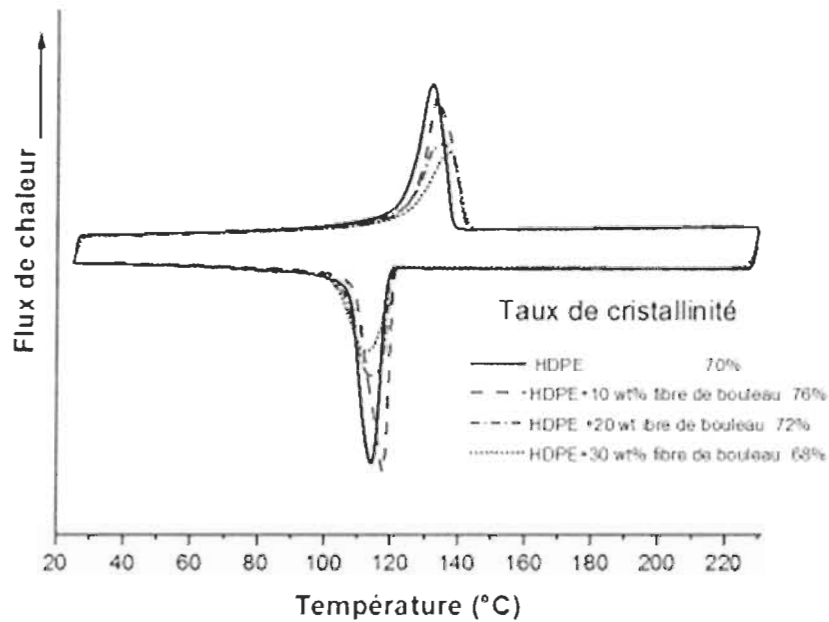
**Figure IV-19. Cubes HDPE imprimés en 3D montrant les vides, les fissures et les déformations des cotés**

La figure- IV-20 montre le degré de cristallinité du HDPE et ses composites à fibre de bois obtenu à partir de l'analyse thermique par la DSC et calculée par la formule.

$$X_c = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_{m,0}(1-\alpha)} \quad (\text{III-2})$$

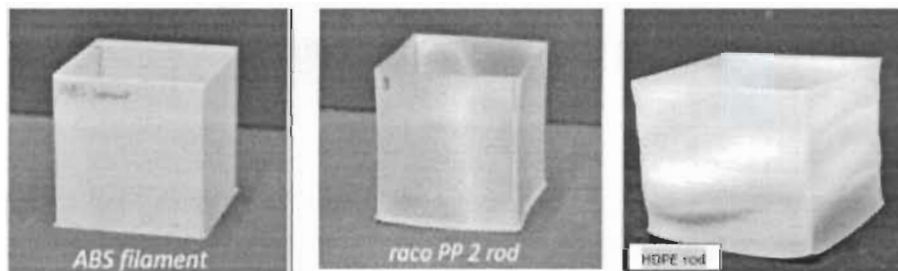
Le degré de cristallinité du HDPE utilisé dans cette étude est de  $\alpha_{Cr} = 70\%$ , une valeur très élevée, donc une tendance très forte au retrait du matériau pendant le processus d'impression 3D et en conséquence une déformation excessive.

Dans le procédé ME-AM, la combinaison des facteurs tels que le retrait du matériau dû au refroidissement, le dépôt anisotrope des brins, les orientations associées des chaînes polymériques introduites et la distribution complexe de la température dans la machine AM, induit les forces à l'intérieur des brins déposés, ce qui entraîne des contraintes résiduelles et finalement une déformation excessive. Comme la déformation contrecarre les forces d'adhésion de la première couche à la plate-forme de construction, les composants HDPE imprimés en 3D se détachent facilement de telles plateformes. Et c'est ce qui est le cas dans cette étude [53].



**Figure IV-20. Degré de cristallinité du HDPE et de ses composites de fibres de bois avec l'expérience DSC**

Sur la figure IV-21, des images de cubes carrés imprimés FDM sont représentées. Ici, l'étendue de la déformation de la chaîne est clairement visible, le HDPE présentant une déformation de chaîne prononcée, le PP moyennement prononcée et l'ABS, un matériau de filament FDM de référence commune, étant presque sans déformation. Une analyse quantitative de la déformation est présentée à la figure.

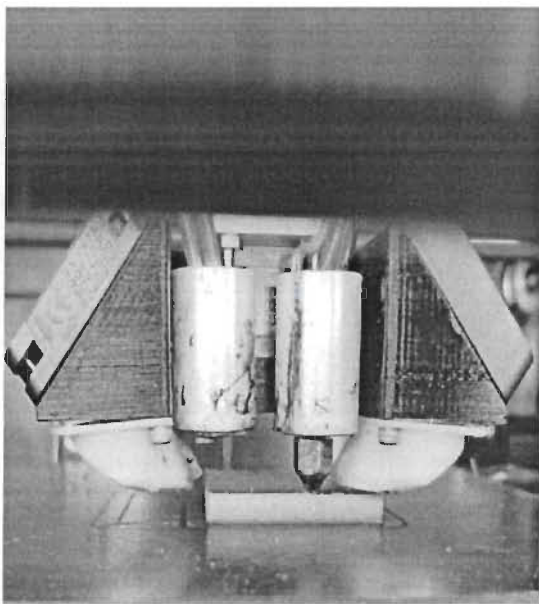


**Figure IV-21. Images de tubes carrés imprimés FDM.**

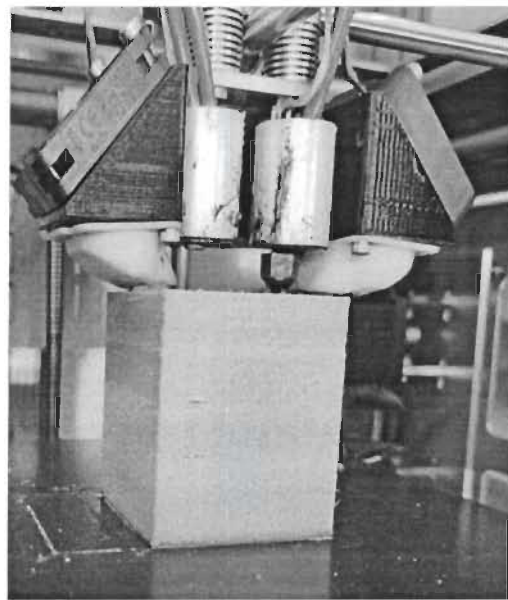
Ici, l'étendue de la déformation clairement visible, le PP présentant une déformation prononcée, le HDPE une grande déformation et l'ABS [340], un matériau de filament FDM de référence commun, étant presque sans déformation.

#### **IV.2.2. Impression 3D des composites de HDPE et de fibre de bouleau (HDPE+10wt% FB, HDPE+20wt% FB, HDPE+30wt% FB,)**

La figure IV-22 a montré le dépôt des premières couches d'impression 3D du composite HDPE+20wt% FB et la figure IV-22 b montre le cube complet. Les paramètres d'impression sont les mêmes que ceux du HDPE vierge (voir tableau) et pour lit d'impression le P-surface de Ppprint GmbH dont le matériau de base est le PP à une température de 25 °C. On constate qu'il y a une bonne adhésion de la première couche avec le lit d'impression en PP et le cube s'est détaché plus facilement du lit d'impression sans être endommagé.



**a**

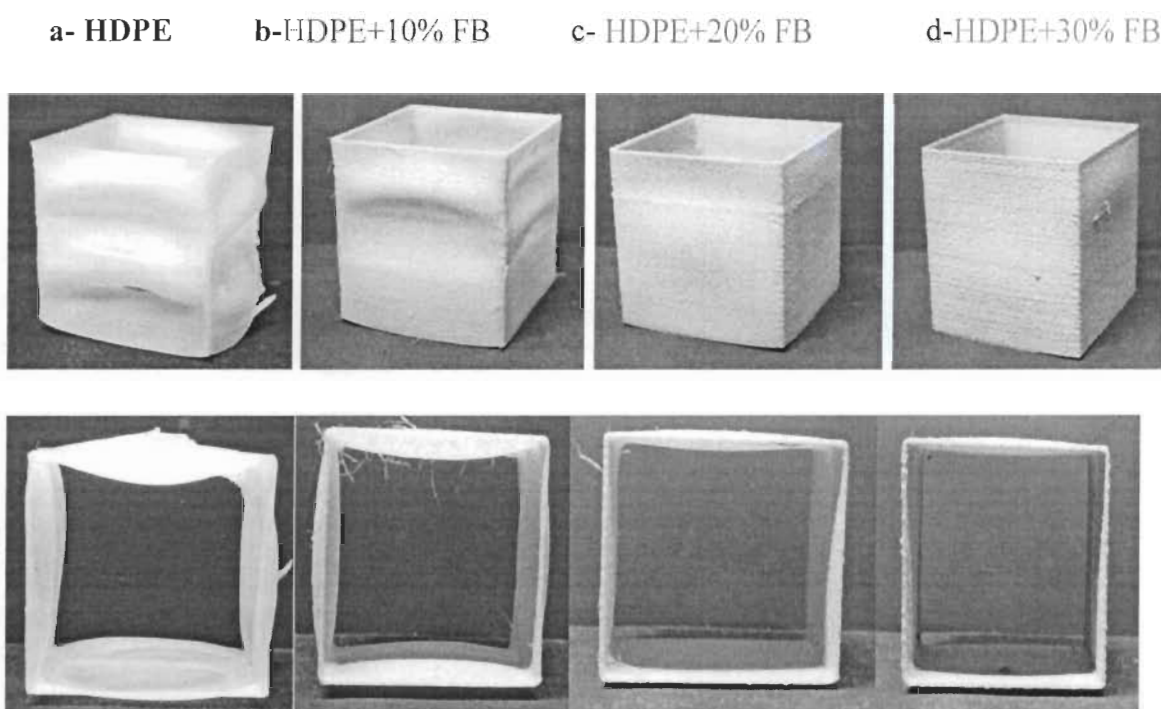


**b**

**Figure IV-22. a- Dépôt des premières couches d'impression 3D du composite à 20%  
b- le cube complet du composite à 20%.**

La figure IV-23 a, b, c, d montre respectivement les cubes imprimée des composites de HDPE et de fibre de bouleau HDPE+10wt% FB, HDPE+20wt% FB, HDPE+30wt% FB,.

On remarque sur la figure que la déformation du cube devient de plus en plus réduite lorsque le taux de fibre augmente dans le composite. Pour le HDPE+10wt% FB, on note encore une certaine déformation du cube, mais réduite par rapport au HDPE vierge. Le HDPE+20wt% FB et le HDPE+30wt% FB ne montre aucune déformation.



**Figure IV-23. a, b, c, d HDPE et composites de fibres de bouleau à 10%, 20% 30%**

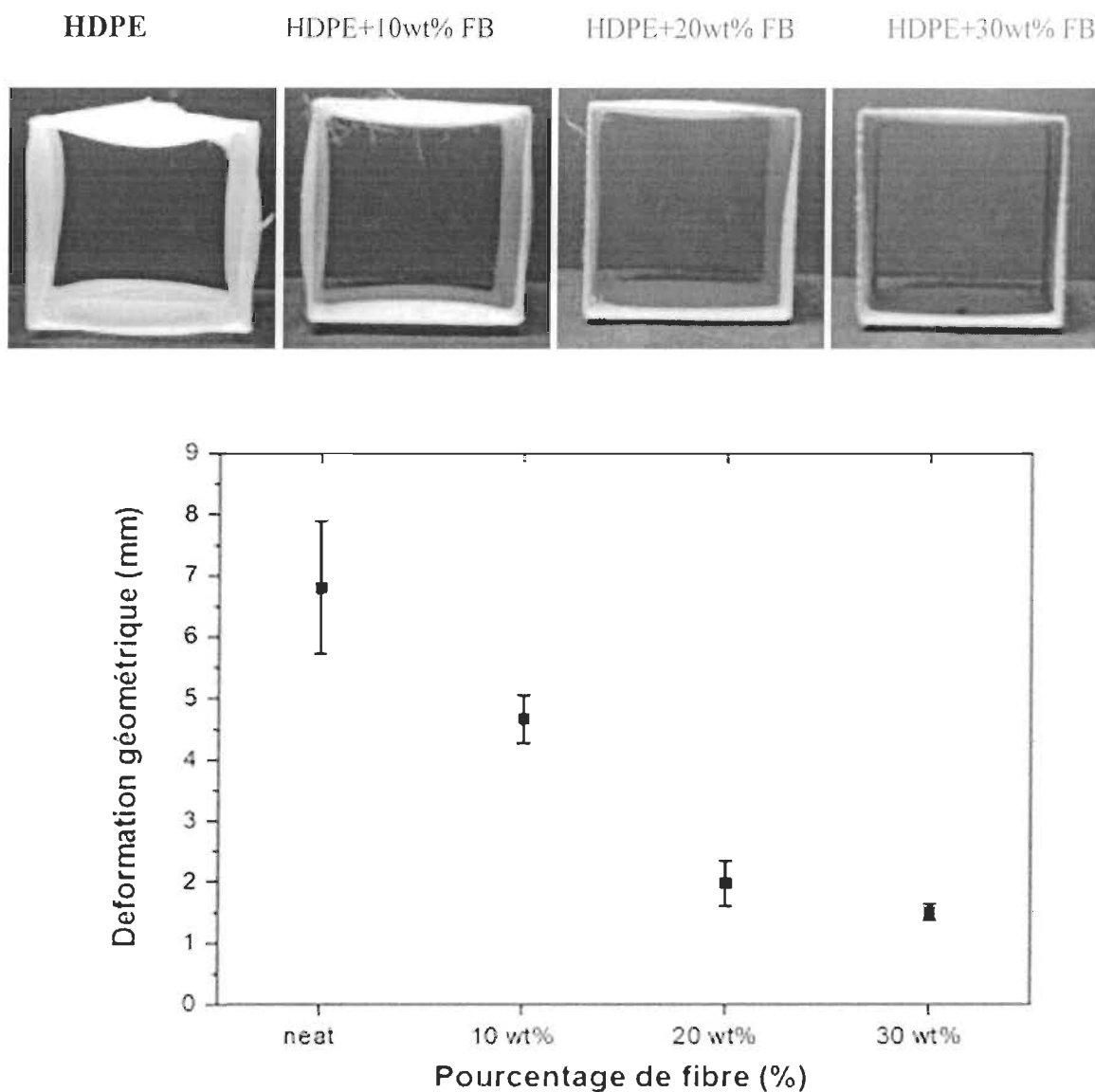
L'étude quantitative des cubes figure IV-24 confirme cette diminution de la déformation quand le pourcentage de fibre augmente.

Pour le HDPE vierge, la déformation mesurée est de 6,8mm. Pour le HDPE+10wt% FB, la déformation est de 4,66mm soit une diminution de 32,35% par rapport au HDPE vierge. Le HDPE+20wt% FB et le HDPE+30wt% FB affiche respectivement une déformation de 1,8mm et 1,3mm soit une diminution de déformation de 73,53% et 80,88% par rapport au HDPE vierge.

Il est bien de noter ici que la déformation mesurée sur les cubes de 30wt% FB sont inférieures à celles de polypropylène vierge (3,3mm) et de ABS (2,1mm) obtenue par Minde et al.[340].

Stoof et al. et Pickering et al. ont montré pour les trois charges de fibres à savoir harakeke, chanvre et gypse recyclé incorporés en PP recyclé une nette amélioration de la déformation sur des spécimens imprimés en 3D spécialement conçus. Une tendance à la baisse de la déformation a été trouvée en augmentant le contenu de la charge. Les fibres harakeke présentaient la réduction de déformation la plus efficace. Dès que les charges étaient agglomérées (par exemple, le gypse), la réduction du retrait ainsi que l'amélioration des propriétés mécaniques n'étaient pas aussi efficaces que pour les charges uniformément réparties de harakeke et chanvre. Une tendance similaire a été également trouvée pour PP rempli de sphères de verre et de cellulose, respectivement [273-275, 53].





**Figure IV-24. Analyse quantitative des cubes confirmant la réduction de la déformation lorsque le pourcentage de fibre augmente**

On peut premièrement attribuer cette diminution de déformation à une diminution de degré de cristallinité des composites à fibre de bois compte tenu de ce qui a été expliqué plus haut concernant le HDPE vierge que, c'est principalement dû à son degré de cristallinité élevé (70%) qu'il est très susceptible à une grande déformation. Mais en se référant à l'analyse thermique par le DSC du HDPE et ses composites (figure4-20), on remarque qu'il n'y a pas de différences notoires de degré de cristallinité entre le HDPE et ses composites à fibre de bois. Même le HDPE+10wt% FB et HDPE+20wt% FB ont un degré de cristallinité

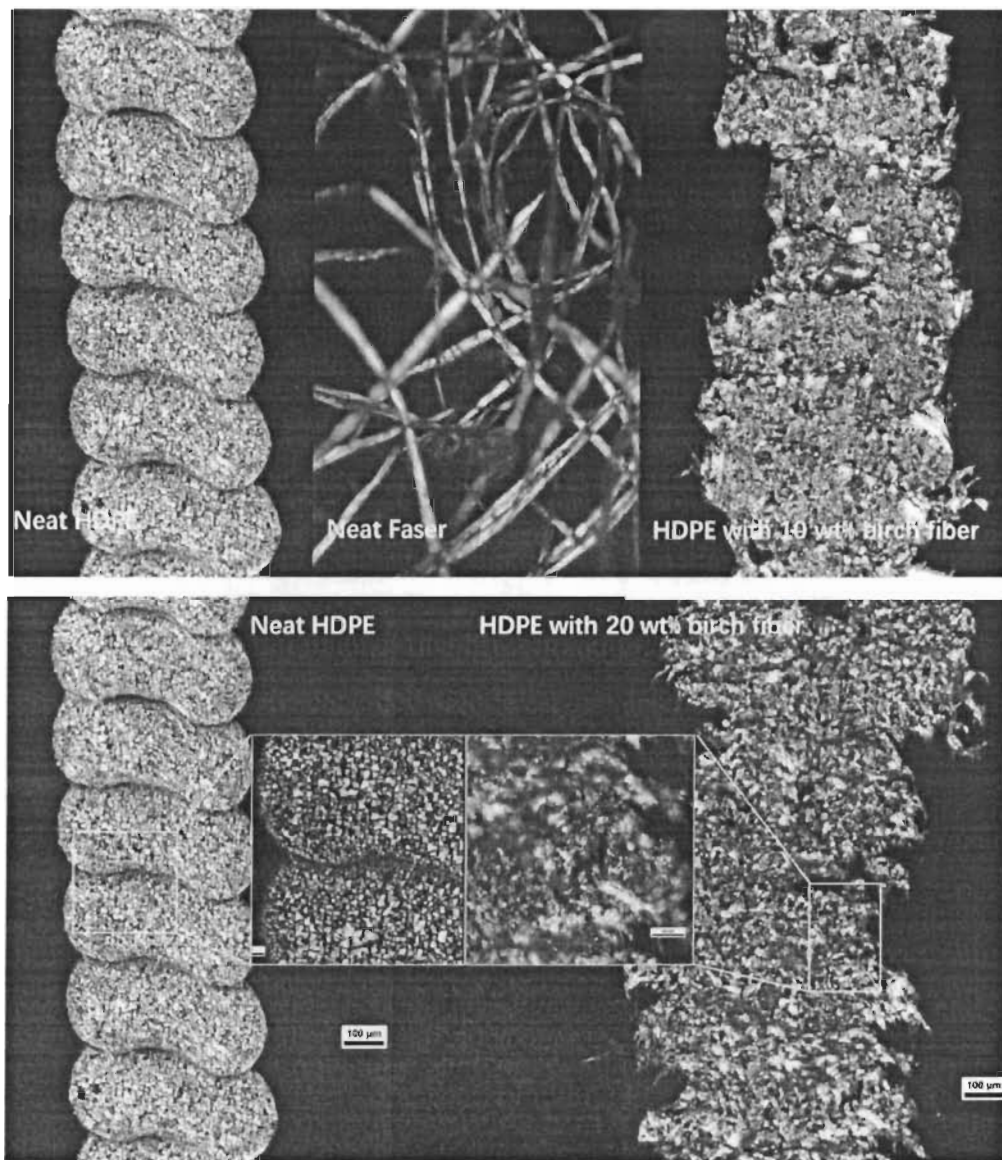


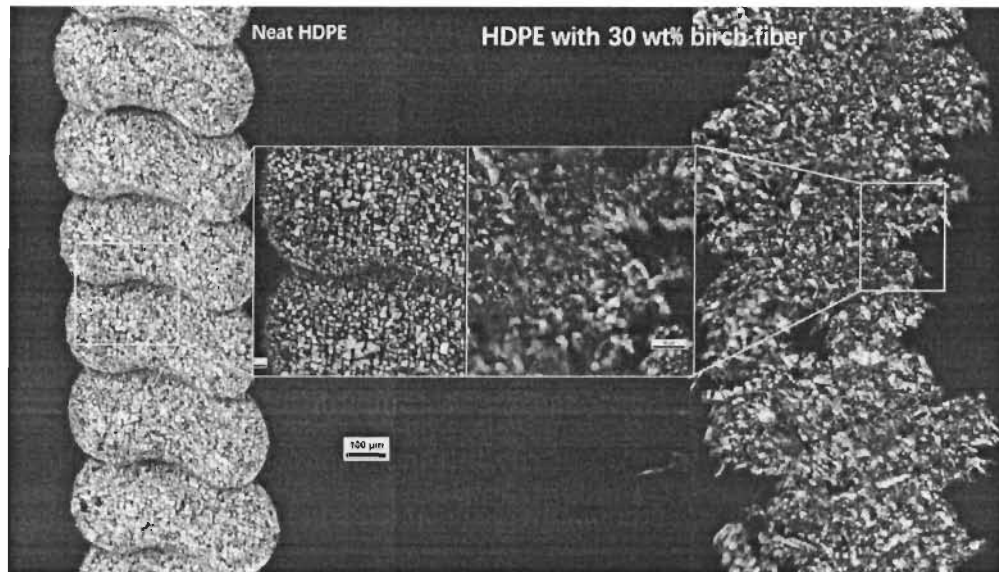
légèrement supérieur (76%, 72%) à celui de HDPE vierge. C'est seulement le HDPE+30wt% FB qui montre un degré de cristallinité légèrement inférieur (68%) à celui de HDPE vierge. Donc cette diminution drastique de la déformation ne peut pas être attribuée à une diminution de degré de cristallinité des composites.

L'étude sur le PP rempli de fibre courte de carbone de M. Spoerk et al.[260] a démontré une précision dimensionnelle exceptionnelle, en particulier en termes de retrait isotrope sur des pièces d'ingénierie très complexes et de grande taille malgré la charge hautement anisotrope. Une des raisons de cette découverte est que, les fibres rigides peuvent diminuer les déformations de la chaîne, en particulier dans les coins des échantillons imprimés, car les fibres peuvent entraver le mouvement de contraction entraîné par l'entropie des chaînes polymères tant que les fibres sont suffisamment rigides et alignées dans le sens de l'impression. On peut dans le cas de cette étude supposé que les fibres de bois utilisées sont suffisamment rigides et alignées dans le sens de l'impression pour entraver le mouvement de contraction entraîné par l'entropie des chaînes polymères. Les mêmes auteurs ont analysé le comportement de rétrécissement de Pièces en PP imprimées en 3D remplies de sphères de perlite expansées en fonction du diamètre moyen de remplissage et de la charge de remplissage et ont déduit que les charges gênent le changement volumétrique des chaînes de polymère, diminuant ainsi le retrait volumétrique avec l'augmentation des charges. Ainsi, l'augmentation du contenu en fibres de bouleau jusqu'à 30% gêne le changement volumétrique des chaînes de polymère, et diminue le retrait volumétrique lors du refroidissement des composites fondus [53].

L'étude microscopique du HDPE, des fibres de bouleau et des composites HDPE+10wt% FB HDPE+20wt% et HDPE+30wt% est présenté à la figure IV-25. On doit se rappeler que les fibres de bouleau utilisés dans cette étude sont de fibres courtes de longueur 0,49mm, de 24.7  $\mu\text{m}$  de largeur avec un ration  $L/D = 19,79$  et l'agent de couplage maelic anhydride grafted polyethylene, le MAPE (3% du mélange) est utilisé pour permettre une bonne adhésion Fibre/matrice. On remarque une bonne adhésion et une bonne répartition des fibres dans la matrice dans tous les composites. Ceci a entraîné un bon revêtement de la matrice polymère par les fibres et le revêtement devient plus conséquent lorsque le taux de fibre augmente dans le composite. Cela confirme les constatations de Stoof et al. et Pickering et al. qui ont montré qu' une réduction de la déformation n' est efficace que

lorsqu'un agent de couplage qui induit un bon revêtement de la matrice polymère est appliqué pour garantir une distribution homogène de la charge et une solide interface charge-matrice. Aucune agglomération des charges n'est constatée qui pourrait rendre inefficace la réduction du retrait ainsi que l'amélioration des propriétés mécaniques [273-275, 53].





**Figure IV-25. Étude microscopique du HDPE, des fibres de bouleau et des composites**

#### **IV.2.3. Propriétés mécaniques**

Une caractérisation mécanique des pièces FDM nécessite une séparation de la paroi latérale du tube carré en quatre pièces de paroi latérale unique, ce qui a été réalisé avec un couteau laser. Ensuite, un maximum de cinq éprouvettes de traction (Figure III-11 a) ont été découpés à partir de chacune des quatre parois latérales avec des angles de  $90^\circ$  et  $0^\circ$  par rapport à la direction de dépôt de la couche (axes X et Y) puisqu'un comportement mécanique anisotrope ne peut pas être entièrement exclu dans la fabrication de filaments fondus. Pour les échantillons à  $90^\circ$ , la direction de chargement en traction est perpendiculaire à la direction de dépôt de la couche et la charge est appliquée à la zone de collage inter couche. Pour l'éprouvette  $0^\circ$ , la charge est longitudinale par rapport aux couches déposées (voir la partie méthodologie).

Une paroi mince, en combinaison avec des éprouvettes de traction poinçonnées dans différentes directions, évite la complexité de contour des techniques de dépôt et de remplissage pour produire des éprouvettes FDM discrètes et permet ainsi la mesure fiable des propriétés mécaniques. Cependant, lors du calcul des propriétés mécaniques, les épaisseurs réelles des échantillons pour les échantillons à  $90^\circ$  et les échantillons à  $0^\circ$  sont

requis. Comme le montre la Figure III-11 b et définie à la section 2.6, lors du calcul des propriétés mécaniques des échantillons à 90 °, l'épaisseur de liaison effective est l'épaisseur mesurée moins le double de la hauteur du profil Rz. Pour les échantillons à 0 °, l'épaisseur mesurée moins une hauteur de profil a été utilisée pour le calcul de l'épaisseur [340].

La liaison entre couches est la plus critique pour la ténacité d'une pièce imprimée FDM et généralement la direction d'impression provoque un comportement anisotrope prononcé. Dans ce travail, la qualité du collage inter couche est évaluée en comparant les résultats des essais de traction des échantillons à 90 ° et 0 °.

Les résultats des tests de traction sont sur la figure IV-26 et le tableau IV-15 pour les échantillons à 0 ° et la figure IV-27 et le tableau IV-16 pour les échantillons à 90 °

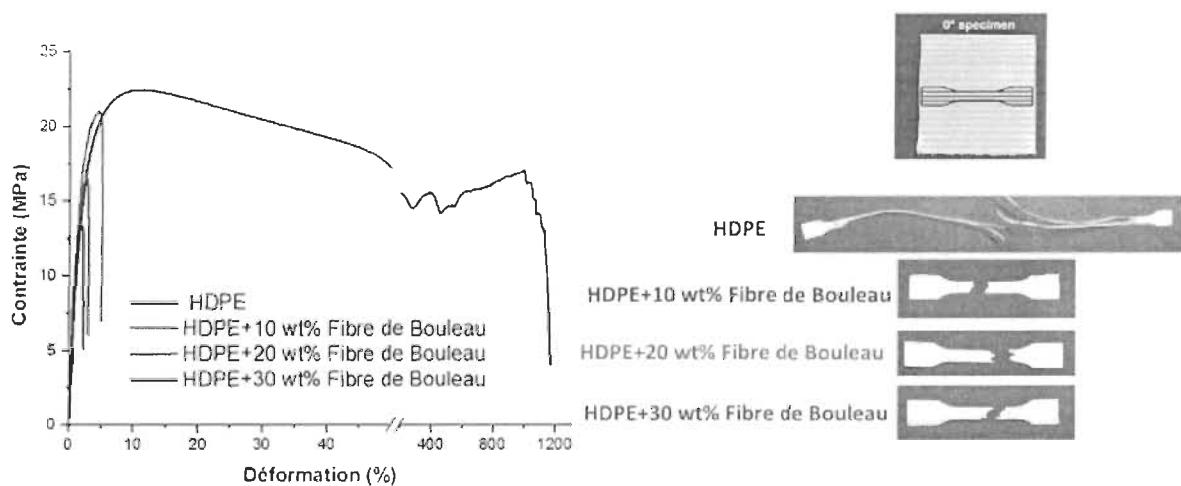


Figure IV-26. Essais de traction pour les échantillons à 0 °

Tableau IV-15 : Résultats des essais de traction pour des échantillons à 0 °

Échantillon	Module de Young (Mpa)	Contrainte maximale (Mpa)	Allongement à la rupture (%)
HDPE	842±118	21.4±0.8	1027±400
HDPE+10 wt% fibre de bouleau	1069±91	18.9±1.8	4.1±1.0
HDPE+20 wt% fibre de bouleau	1104±82	14.8±2.0	2.6±0.7
HDPE+30 wt% fibre de bouleau	1135±99	12.8±0.6	2.4±0.2

Comme attendu à cause de l'anisotropie, les valeurs du module de Young, de la contrainte maximale et de l'allongement à la rupture pour les échantillons de 0° sont meilleurs que celles des échantillons de 90°. On note en effet une diminution de 9,38% du module de Young, de 66,35% à la contrainte maximale 99,5% à l'allongement à la rupture des échantillons de 0° par rapport à ceux de 90°. Cette anisotropie est due à la mauvaise adhérence des couches intermédiaires entre les couches déposées séquentiellement.

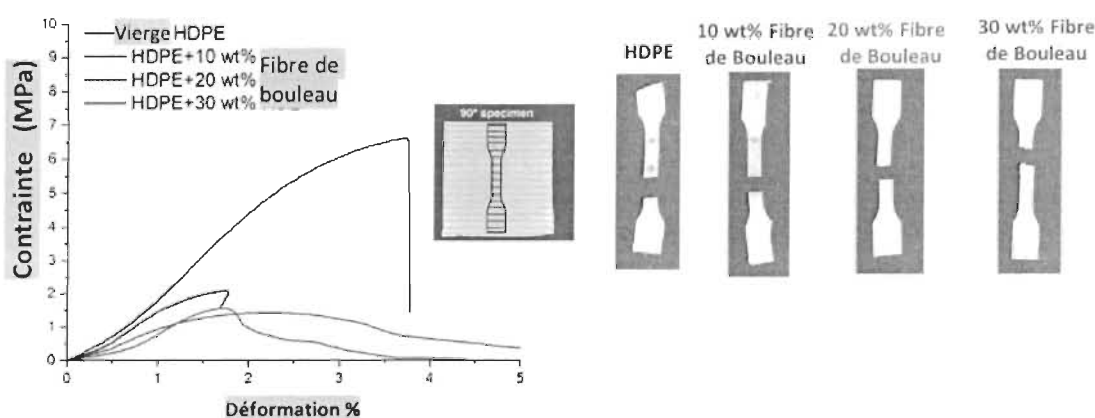


Figure IV-27. Essais de traction pour échantillons à 90 °

**Tableau IV-16 : Résultats des essais de traction pour les échantillons à 90 °**

Échantillon	Module de Young (Mpa)	Contrainte maximale (Mpa)	Allongement à la rupture (%)
<b>HDPE</b>	763±30	7.2±0.8	5.3±1.8
<b>HDPE+10 wt% fibre de bouleau</b>	150±50	1.2±0.1	3.0±1.2
<b>HDPE+20 wt% fibre de bouleau</b>	200±50	1.3±0.1	2.0±0.5
<b>HDPE+30 wt% fibre de bouleau</b>	250±50	1.7±0.3	1.9±0.6

L'image des échantillons HDPE testés à 90 ° montre une fracture nette et uniforme entre une couche intermédiaire au centre de l'échantillon et l'échantillon HDPE testés à 0 ° montre un long étirement suivi de la rupture.

Tous les échantillons à 90 ° du tableau IV-16 présentent un allongement à la rupture beaucoup plus faible que les échantillons à 0 °, ce qui est dû à la mauvaise adhérence des couches intermédiaires entre les couches déposées séquentiellement. L'image de la figure 8a d'échantillons testés à 90 ° montre une fracture nette et uniforme entre une couche intermédiaire au centre de l'échantillon.

Les valeurs du module de Young, de la contrainte maximale obtenues dans cette étude à 0 ° sont légèrement moins bonnes que celles obtenues par Mulhaupt et al. (Module de Young entre 970 et 1030 MPa, contrainte maximale entre 25,2 et 26,9 MPa) [279] qui ont varié beaucoup de paramètres dans le processus de la fabrication de filaments et aussi dans celui de l'impression 3D pour avoir ces résultats améliorés. Cependant, la valeur de

l'allongement à la rupture dans cette étude est nettement supérieure que celle obtenue par Mulhaupt et al. (entre 90 à 380) [279, 371].

La figure IV-28 montre les éprouvettes des composites après les tests de traction et dans les tableaux IV-15 et IV-16 les valeurs du module de Young, de la contrainte maximale et de l'allongement à la rupture pour des éprouvettes imprimées à 0° et celles à de 90°.

Pour des éprouvettes imprimées à 0°, on note pour les composites de 10%, 20%, 30% respectivement une augmentation du module de Young de 26,9%, 31,11%, et 34,8% par rapport au HDPE vierge. Ce qui est bien cohérent pour ces composites à fibre de bois qui pour la plupart des cas voient leur module augmenter quand le pourcentage de fibres augmente. On note aussi comme attendu une diminution drastique (jusqu'à 99,7% pour 30% de FB) de l'allongement à la rupture par rapport au HDPE vierge.

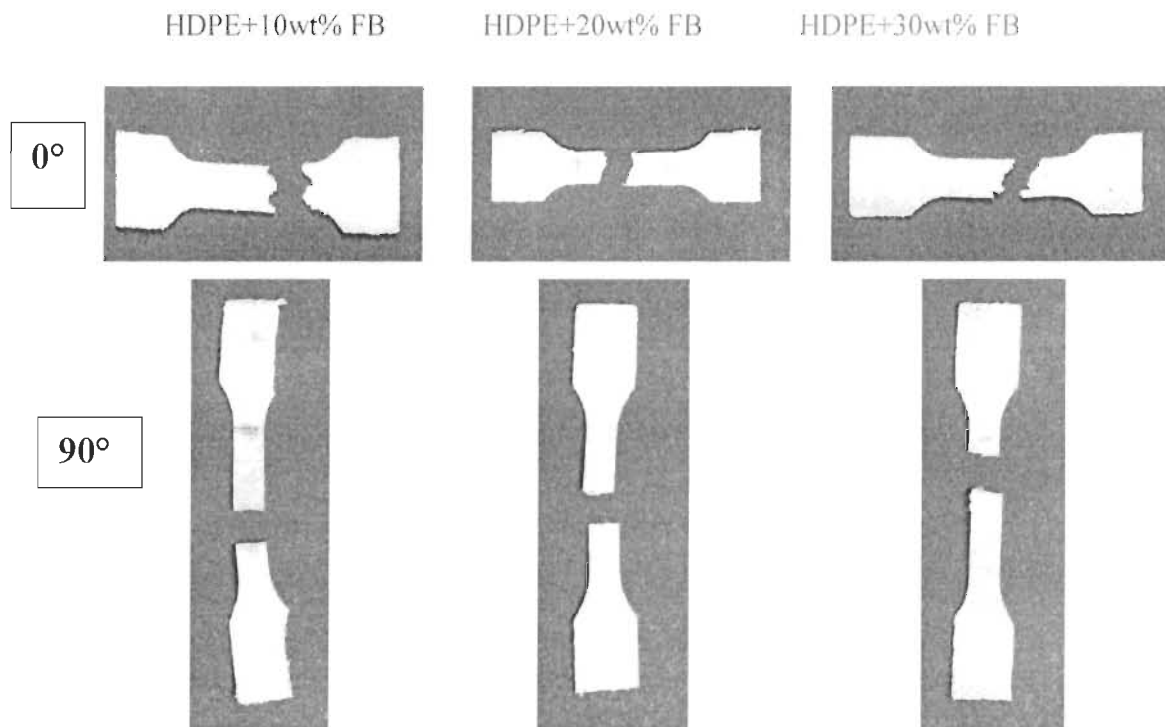


Figure IV-28. Échantillons testés des composites

Pour des éprouvettes imprimées à 90°, on remarque une diminution drastique du module de Young de 80,3%, lorsqu' on ajoute 10% de fibre à HDPE. L'ajout de 20% et de 30% de fibre entraine une légère remontée du module de Young (67,2% de diminution).

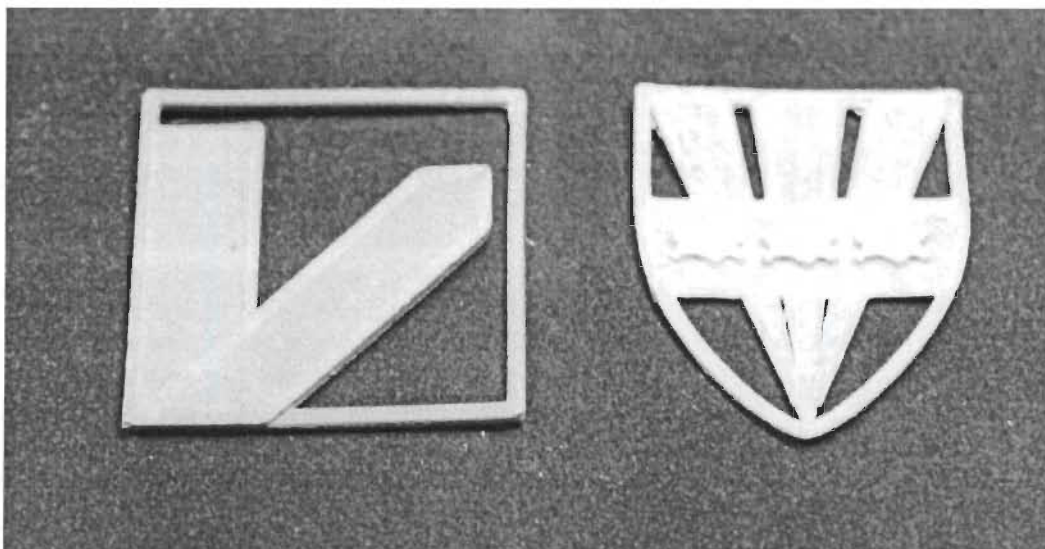
Pour le même composite, par exemple HDPE+10wt% FB, le module de Young et la résistance à la traction sont respectivement 7fois et 16fois plus élevé selon la direction de l'impression.

Les fibres de bois ont accentué l'effet d anisotropie dans les composites par rapport au HDPE vierge. Ce que A. Le Duigou et al. [305] ont confirmé dans leur étude sur l'impression des composites à fibre de bois en montrant que la résistance à la traction ou le module de Young longitudinale d'un échantillon imprimé orienté à 0 ° peut être cinq fois plus élevée qu'en coupe transversale homologue. Cela s'explique par le fait que l'orientation des fibres de bois semble suivre l'orientation d'impression du filament, tandis que l'inter filament et les interactions entre couches pourraient être considérées comme le maillon le plus faible du matériel imprimé.

#### **4.2.4.Impression 3D d'objet usuel**

Le composite HDPE + 20wt% FB a été utilisé pour imprimer les logos respectifs de l'Université de Bayreuth (Allemagne) et de l'Université du Québec à Trois-Rivières (Canada) figure IV-29.





**Figure IV- 29. logos respectifs de l'Université de Bayreuth (Allemagne) et de l'Université du Québec à Trois-Rivières (Canada)**

## **CHAPITRE V - CONCLUSION ET PERSPECTIVES**

L'un des objectifs de cette thèse est l'étude des paramètres d'injection sur la fabrication des éprouvettes (flexion, traction, Izod, impact,) en composites de fibres naturelles (fibres de bouleau) avec le HDPE. Le premier pas pour atteindre cet objectif est la revue de littérature qui a montré en détail comment les paramètres d'injection tels que la température de fusion, la température du moule, la vitesse d'injection, la pression de maintien, la pression d'injection et, dans une certaine mesure, la teneur en fibres avaient influencé les propriétés mécaniques, morphologiques, tribologiques des composites de polyéthylène ainsi que l'absorption d'eau, la force d'adhérence et la conductivité électrique. Elle a aussi fait remarquer que les études sur la tribologie des CFN à base de polyéthylène sont plus que rares.

La pré optimisation dans les premières parties de la méthodologie consistait à choisir les paramètres comme la température et la pression d'injection ainsi que la température de la cavité pour mouler les pièces proprement dites (Capuchons pour chariot). Cette étape a suffisamment donné des informations et associées à celles de la revue de littérature, trois paramètres d'injection qui sont la température d'injection, la pression d'injection et le temps de refroidissement ont été choisis pour être étudiés selon le plan expérimental L4 de Taguchi (3 facteurs à 2 niveaux chacun). Les niveaux de températures 180°C et 200°C, de pression 13500 Psi et 15000 Psi et le temps de refroidissement 15s et 45s ont été choisis. Plusieurs conclusions ont été tirées après les essais expérimentaux, l'analyse et la discussion des résultats obtenues.

La température d'injection est le facteur le plus important sur les échantillons de 10, 20, 40% et le second important facteur pour les échantillons de 30%,. Elle est aussi le paramètre le plus important qui a influencé sur l'énergie de rupture dans l'essai d'Izod. Le niveau de température 180°C est la température qui contribue à l'optimisation de l'énergie de rupture dans les essais d Izod. Celui de 200°C influence au contraire négativement sur l'énergie de rupture. On peut stipuler qu'on assiste déjà à 200°C à un début de dégradation des fibres. La température d'injection est dans la plupart des cas le second paramètre important dans les essais de flexion et de traction. On remarque cette tendance pour les essais de traction et de flexion que le niveau de température 200°C est la température qui optimise pour les échantillons de 10 et 20% de fibre et le niveau de température 180°C

pour les échantillons de 30 et 40%. On peut en conclure que l'augmentation de la température de 180°C à 200°C affecte négativement les échantillons qui ont un taux de fibre très élevé et que procéder avec une température un peu élevée voire la température du traitement de la résine vierge peut être bénéfique pour les échantillons à faible taux de fibre. Lorsque le taux de fibre augmente, il est préférable de diminuer la température.

La pression d'injection est au contraire le maillon faible des paramètres étudiés. Elle influence le moins les énergies de rupture dans les essais d'Izod. Le niveau de pression 13500 Psi optimise l'énergie de rupture des échantillons de 30 et 40% de fibres et le niveau de pression 15000 Psi optimise l'énergie de rupture des échantillons de 10 et 20% de fibres. Elle reste le facteur qui influence le moins parmi les 3 paramètres étudiés pour les essais de flexion et de traction. Le niveau de pression 13500 Psi est le niveau qui optimise plus les propriétés mécaniques pour les essais de traction et de flexion., le niveau de pression 15000 Psi optimise le moins.

Le temps de refroidissement est le paramètre le plus important pour optimiser les propriétés mécaniques pour les essais de flexion et de traction et le niveau 15s est le niveau qui optimise le module de Young, la contrainte maximale ainsi que l'allongement à la rupture. Il est le second paramètre important pour l'énergie de rupture dans les essais Izod. Le niveau temps de refroidissement 15s est le niveau qui optimise l'énergie de rupture. Le temps de refroidissement a beaucoup influencé sur le processus de fabrication de l'ensemble des éprouvettes parce que les composites de cette étude ont un taux de cristallinité très élevé.

Outre les tests de flexion, traction et Izod, les tests d'impact de puits de chute et de dureté ont été réalisés sur les échantillons des composites à fibre de bouleau.

Il est constaté avec des tests d'impact de puits de chute que l'énergie absorbée par l'ensemble du spécimen n'est pas trop élevée et dans tous les cas un rebond se produit. Il n'y a ni saturation ni perforation. On constate également qu'il n'y a presque pas d'endommagement sur le polyéthylène vierge mais que presque tous les échantillons des composites sont fracturés. Parmi les composites, l'énergie absorbée maximale est atteinte avec le composite de fibre de bois à 20%, suivi du composite de fibre de bois à 10%. Dans

cette étude, le composite à 20% de fibres est le matériau le plus résistant et le composite à 40% de fibres le moins.

Les résultats des tests de dureté montrent que l'ajout de 10%, 20%, 30% et 40% de fibres au HDPE pur a augmenté la dureté de 50,6 (shore D) pour le pur à 73,6 (shore D) pour le 40% des fibres se chargent. La valeur de dureté la plus élevée de 74,6 est atteinte avec une charge de fibres de 30%, soit une augmentation de 48,62%.

L'autre objectif principal de cette thèse est l'exploration et la mise en œuvre d'éprouvettes d'essai de traction fiables de composites de fibres naturelles avec le HDPE par impression 3D. Il y est très bien connu dans la revue de littérature de cette deuxième partie que les matériaux pour FDM ou en général ME-AM (Extrusion de matériaux- Fabrication additive étaient principalement limités au poly (acide lactique) (PLA) et à l'acrylonitrile butadiène styrène (ABS), en raison de leur facilité de mise en œuvre à la fois en termes d'extrusion de filaments et de ME-AM. Les polymères avec un haut degré de cristallinité ( $> 40\%$ ), tels que les plastiques semi-cristallins de base, à savoir le polyéthylène basse densité (LDPE), le LDPE linéaire, le polyéthylène haute densité (HDPE), le Polypropylène etc. et certains types de polyamide sont particulièrement difficiles à traiter au moyen de ME-AM ; et bien que ces matériaux possèdent des propriétés exceptionnelles et uniques, leur application dans ME-AM n'a pas encore été approfondie et étudiée dans la littérature. Enfin le HDPE en particulier ne satisfait pas les exigences pour une fabrication sans défaut qui sont l'adhérence entre les brins de polymère extrudé, l'enchevêtrement du polymère déposé, et l'adhésion à la plate-forme de construction, mais sans altérer le détachement. C'est assez problématique pour le HDPE qui n'adhère à rien et ne colle qu'au HDPE chaud. De plus, le problème de retrait et de déformation volumique des polymères lors de la solidification et notamment lors de la cristallisation des polymères représente un autre défi à surmonter pour le HDPE. En dépit de tous ces constatations dans la littérature, les essais expérimentaux pour obtenir les échantillons de traction et des objets usuels ont été d'un grand succès. On peut ainsi affirmer que c'est pour la première fois, qu'il est possible d'imprimer un composite à fibres de bois avec le HDPE comme matrice par FDM sans rencontrer les problèmes de déformation massive et de formation de vide. En effet, les problèmes de retrait, de déformation et d'adhérence bien connus des FDM des polyoléfin

en occurrence le HDPE ont été surmontés en mélangeant les fibres courtes de bois entre 10 et 30% en proportion massique avec le HDPE et en présence d'un agent de couplage en proportion de 3%. Les granules obtenus ont servi à imprimer des cubes pour mesurer la déformation et des éprouvettes de traction issues de ces cubes ont servi à obtenir les propriétés mécaniques de ces composites. Diverses observations ont été faites à partir de cette étude.

Il a été constaté que la déformation du cube devient de plus en plus réduite lorsque le taux de fibre augmente dans le composite. Pour le HDPE+10wt% FB, on note encore une certaine déformation du cube, mais réduite par rapport au HDPE vierge. Le HDPE+20wt% FB et le HDPE+30wt% FB affichent respectivement une déformation de 1,8mm et 1,3mm soit une diminution de déformation de 73,53% et 80,88% par rapport au HDPE vierge. Cette diminution drastique de la déformation ne peut pas être attribuée à une diminution de degrés de cristallinité des composites puisque les degrés de cristallinité du HDPE et des composites mesurés par la DSC sont presque égaux. Il est observé pour les composites de 10%, 20%, 30% respectivement une augmentation du module de Young de 26,9%, 31,11%, et 34,8% par rapport au HDPE vierge. À cause de l'anisotropie, les valeurs du module de Young, de la contrainte maximale et de l'allongement à la rupture pour les échantillons de 0° sont meilleurs que celles des échantillons de 90°. Le composite HDPE + 20wt% FB a été utilisé pour imprimer des objets usuels à savoir les logos respectifs de l'Université de Bayreuth (Allemagne) et de l'Université du Québec à Trois-Rivières (Canada).

Les deux objectifs de cette thèse à savoir d'une part l'étude des paramètres d'injection sur la fabrication des éprouvettes en composites de fibres naturelles (fibres de bouleau) avec le HDPE et d'autre part l'exploration et la mise en œuvre d'éprouvettes d'essai de traction fiables de composites de fibres naturelles avec le HDPE par impression 3D ont été bel et bien atteints.

## **Perspectives de recherches**

Bien que les objectifs de cette thèse aient été atteints, il reste certains aspects de ce travail qui ont besoin d'être approfondis.

Premièrement, il devient nécessaire d'élargir l'étude de ces paramètres d'injection surtout le temps de refroidissement sur les disques de tribologie et des engrenages. Même au niveau du mélange des ingrédients à savoir le HDPE, l'agent de couplage et les fibres de bouleau, on peut utiliser à la place du Brabendeur une extrudeuse pour une bonne répartition des fibres dans la matrice. Enfin, une machine d'injection dont la pression maximale dépasse les 15000 Psi est recommandée pour produire les pièces dont les matériaux sont plus visqueux comme le HDPE avec 40 voire 50% de fibre et aussi les Polyamides.

Pour éviter le phénomène d'anisotropie des matériaux et répondre aux exigences des processus d'impression 3D, il est impératif de s'attaquer à la morphologie des fibres de bois. On peut utiliser les fibres de bouleau plus courtes que celles utilisées dans cette étude. Les poudres de bois ne sont pas à exclure. Il peut aussi s'essayer une augmentation considérable de la quantité de l'agent de couplage dans le mélange pour s'assurer d'une très bonne adhésion des fibres avec la matrice.

Le problème de taux de cristallinité peut être résolu en utilisant un HDPE avec un taux de cristallinité faible (environ 60%). On peut aussi utiliser les polyéthylènes à faibles densités à savoir, le MDPE (medium-density polyethylene), le LDPE (low-density polyethylene), LLDPE (linear low-density polyethylene) et le VLDPE (very low density polyethylene).

Enfin, il serait souhaitable de fabriquer les filaments proprement dits avec une extrudeuse couplée d'un système de refroidissement à eau. Pendant le processus de fabrication des filaments, les paramètres d'extrusion seront variés pour obtenir le meilleur filament.

## ARTICLES DE REVUE ET CONFÉRENCE AVEC COMITÉ DE LECTURE PENDANT LA THÈSE (à compléter)

### A- Articles de revue

-A. Koffi, D. Koffi, L. Toubal, **Injection Molding Parameters Influence on PE Composites Parts**, International Journal of Engineering Research and Development 12 (10) (2016) 29-39 (publié)

-Agbelenko Koffi<sup>a</sup>, Demagna Koffi<sup>a</sup>, Lotfi Toubal<sup>a</sup> **Mechanical properties and drop-weight impact performance of injection-molded HDPE/birch fiber composites**  
Polymer Testing <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106956>

### B- Conférences avec comité de lecture

-Koffi A. Koffi D. Toubal L. V. Dubé, **Influence de la pression d'injection, de la température d'injection et de la cavité sur le moulage du capuchon en Composites de Polyéthylène**, Article soumis et accepté à la conférence JET 2018 du 02-05 Mai 2018, Marrakech, Maroc

-Lotfi Toubal, Demagna Koffi, Agbelenko Koffi, Mahdi Mejri, Alencar Bravo, Fouad Erchiqui **Évaluation du comportement et de l'endommagement d'un composite thermoplastique renforcé par des fibres courtes de bois** Article soumis et accepté à la conférence JET 2018 du 02-05 Mai 2018, Marrakech, Maroc

### C-Affiches

-Concours d'affiche à l'UQTR « Composites à Fibres naturelles: application industrielle au Québec » Koffi A.<sup>1,2</sup>, \* Koffi D.<sup>1,2</sup>, Toubal L.<sup>1,2</sup>, V. Dubé<sup>1</sup>





## BIBLIOGRAPHIE

- [1] A.K. Mohanty, M. Misra, L.T. Dzral, Sustainable bio-composites from renewable resources: Opportunities and challenges in the green materials world, *J. Polym. Environ.* 10 (2002) 19-26.
- [2] A.K. Bledzki, O. Faruk, V.E. Sperber, Cars from bio-fibres, *Macromol. Mater. Eng.* 291 (2006) 449-457.
- [3] Agbelenko Koffi<sup>a</sup>, Demagna Koffi<sup>a</sup>, Lotfi Toubal<sup>a</sup> Mechanical properties and drop-weight impact performance of injection-molded HDPE/birch fiber composites  
Polymer Testing <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106956>.
- [4] N. Ayrimis, S. Jarusombuti, V. Fueangvivat, P. Bauchongkol, R.H. White, Coir fiber reinforced polypropylene composite panel for automotive interior applications, *Fibers Polym.* 12 (2011) 919-926.
- [5] A.N. Netravali, S. Chabba, Composites get greener, *Mater. Today* 6 (2003) 22-29.
- [6] U. Riedel, J. Nickel, Natural fibre-reinforced biopolymers as construction materials-new discoveries, *Angew. Makromol. Chem.* 272 (1999) 34-40
- [7] Tissandier C, Vazquez Fletes RC, Gonzalez-Nunez R, Microcellular agave fibre high density polyethylene composites produced by injection molding. *J Mater Sci Eng* 2012; 11: 677–692.
- [8] F. Mijiyawa formulation, characterization, modeling and prediction of the thermomechanical behavior of plastic parts and wood fiber composites: application to gears PhD thesis, UQTR,  
[https://constellation.uqac.ca/4480/1/Mijiyawa\\_uqac\\_0862D\\_10414.pdf](https://constellation.uqac.ca/4480/1/Mijiyawa_uqac_0862D_10414.pdf) (2018)
- [9] P. Noorunnisa Khanam & Mariam Al Ali AlMaadeed Processing and characterization of polyethylene-based composites, *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, 1:2, 63-79, 2015.
- [10] X. Huang, Q. Ke, C. Kim, H. Zhong, P. Wei, G. Wang, F. Liu and P. Jiang: *Polym. Eng. Sci.*, , 47, (7), 1052–1061.
- [11] Spoerk, M.; Savandaiah, C.; Arbeiter, F.; Sapkota, J., C. *Polym. Compos.* 2019, 40, 638.
- [12] Spoerk, M.; Arbeiter, F.; Raguž, I.; Weingrill, G.; Fischinger, T.; Traxler, G.; Schuschnigg, S.; Cardon, L.;  
Holzer, C. *Macromol. Mater. Eng.* 2018, 303, 1800179
- [13] A. Sari: *Energy Convers. Manage.*, 2004, 45, (13–14), 2033–2042, 2007
- [14] K. M. Manu, S. Soni, V. R. K. Murthy and M. T. Sebastian: *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, 2013, 24, (6), 2098–2105.
- [15] T. K. Dey and M. Tripathi: *Thermochim. Acta*, 2010, 502, (1–2), 35–42.
- [16] L. Fang, Y. Leng and P. Gao: *Biomaterials*, 2005, 26, (17), 3471–3478.

- [17] M. Wang, L. L. Hench and W. Benfield: J. Biomed. Mater. Res., 1998, 42, (4), 577–586.
- [18] E. Psomiadou, I. Arvanitoyannis, C. G. Biliaderis, H. Ogawa and N. Kawasaki: Part 2. Carbohydr. Polym., 1997, 33, (4), 227–242.
- [19] Q. Zhang, S. Rastogi, D. Chen, D. Lippits and P. J. Lemstra: Carbon, 2006, 44, (4), 778–785.
- [20] R. K. Kaul, A. F. Barghouty and H. M. Dahche: Ann. N.Y. Acad. Sci., 2004, 1027, 138–149.
- [21] Malkapuram R, Kumar V, Yuvraj SN. Recent development in natural fibre reinforced polypropylene composites. J Reinf Plast Compos 2008; 28:1169–89.
- [22] Nabi Saheb D, Jog JP. Natural fiber polymer composites: a review. Adv Polym Technol 1999; 18:351–63.
- [23] Li X, Tabil LG, Panigrahi S, Crerar WJ. The influence of fiber content on properties of injection molded flax fiber-HDPE bio composites. Can Biosyst Eng 2009;08–148:1–10.
- [24] Wambua P, Ivens J, Verpoest I. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics. Compos Sci Technol 2003; 63:1259–64.
- [25] Ahmad I, Baharum A, Abdullah I. Effect of extrusion rate and fiber loading on mechanical properties of Twaron fiber-thermoplastic natural rubber (TPNR) composites. J Reinf Plast Compos 2006; 25:957–65.
- [26] H. Ku <sup>†</sup>, H. Wang, N. Pattarachaiyakoo, M. Trada, A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites, Composites: Part B 42 (2011) 856–873.
- [27] M. Brahmakura, C. Pavitran, R.M. Pillai, Coconut fiber reinforced polyethylene composites: Effect of natural waxy surface layer of the fiber/matrix interfacial bonding and strength of composites. Composites Sci. Technology, 2005, 65:563-569.
- [28] S. Tungjitpornkull, N. Sombatsompop, Processing technique and fiber orientation angle affecting the mechanical Properties of E-Glass fiber reinforced wood/PVC composites. J. Mater. Process. Technol., 209:3079-3088 2009.
- [29] M. Khalid, C.T. Ratnam, T.G. Chuah, S. Ali, T.S.Y. Choong. Comparative study of Polypropylene composites reinforced with oil palm empty fruit bunch fiber and oil palm derived cellulose. Mater. Design, 29:173-178 2008.
- [30] M.S. Huda, L.T. Drzal, A. K. Mohanty, M. Misra. Effect of fiber surface-treatments on the properties of laminated bio composites from poly (lactic acid) (PLA) and kenaf fibers. Composites Sci. Technol., 2008, 68: 424-432.
- [31] H.S. Yang, H.J. Kim, H.J. Park, B.J. Lee, T.S. Hwang. Effect of compatibilizing agents on rice-husk flour reinforced polypropylene composites Composite Structure, 2007, 77:45-55.

- [32] R.B. Mathur, S.R. Dhakate, D.K. Gupta, T.L. Dhami, R.K. Aggarwal. Effect of different carbon fillers on the properties of graphite composites bipolar plate. *J.Mater.Process.Technol.*, 2008, 203:184-192.
- [33] P.S.M. Megat- Yussof, M.R. Abdul Latif, M.S. Ramli. Optimizing injection processing parameters for enhanced mechanical performance of oil palm empty bunch fruit high density polyethylene composites. *J. Applied Sci.*, 2011, 11 (9): 1618-1623
- [34]. C. Quijano-Solis, N. Yang, S.Y. Zhang. Effect of mixing conditions and initial fiber morphology on fiber dimensions after processing. *Composites Part A: Applied Sci. Manuf.*, 40:351-358, 2009.
- [35]. Y. Xue, Y.Du. S. Elder, K. Wang, J. Zhang, Température and loading rate effects on tensile properties of kenaf bast fiber bundles and composites. *Composites Part B: Eng.*, 40:189-196., 2009.
- [36]. J.R. Barone, W.F. Schmid, C.F.E. Liebner. Compounding and molding of polyethylene composites reinforced with keratin feather fiber. *Composites Sci. Technol.*, 65 : 683-692, 2005.
- [37]. W.N. Ota, S.C. Amico, K.G. Satyanarayana. Studies on the combined effect of injection température and fiber content on the properties of polypropylene-glass fiber composites. *Composites Sci. Technol.*, 65 :873-881, 2005.
- [38]. M. Younesi, M.E. Bahrololoom. Effect of température and pressure of hot pressing on the mechanical properties of PP-HA bio-composites. *Mater. Design*, 30:3482-3488, 2009.
- [39]. B. Mano, J.R. Araujo, M.A.S. Spinace, M.A. de Paoli. Polyolefin composites with curaua fibers.: Effect of the processing conditions on mechanicals properties, morphology and fiber dimensions. *Composites Sci. Technol.*, 70 : 29-35, 2010.
- [40]. G. Saint-Martina, F. Schmidt, P. Devos, C. Levailant, *Polymer Testing*, 22, 947 (2003).
- [41]. A. K. Mohanty, A. Wibowo, M. Misra, L. T. Drzal, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35, 363 (2003).
- [42]. Satya Panigrahi; Xue Li; Lope Tabil, Injection Moulding Processing of Flax Fibre-reinforced Polyethylene Bio composites, *International Conference on Flax and Other Bast Plants 2008*, 399- 407.
- [43] O. Faruk, A.K. Bledzki, H.-P. Fink, M. Sain, Bio composites reinforced with natural fibers: 2000–2010, *Prog. Polym. Sci.* 37 (2012) 1552–1596, <http://dx.doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003>.

- [44] A. Bourmaud, A. Le Duigou, C. Baley, 14-Mechanical Performance of Flax-based Bio composites, *Bio composites*, Elsevier, 2015 365–399, <http://dx.doi.org/10.1016/B978-1-78242-373-7.00013-5>.
- [45] S.S. Crump, *Apparatus and Method for Creating Three-dimensional Objects*, 1992 15.
- [46]. Wohlers, T. T.; Caffrey, T.; Campbell, R. I. *WohlersReport 2017: 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry: Annual Worldwide Progress Report*; Wohlers Associates: Fort Collins, CO, 2017.
- [47] Tseng, J.-W.; Liu, C.-Y.; Yen, Y.-K.; Belkner, J.; Bremicker, T.; Liu, B. H.; Sun, T.-J.; Wang, A.-B. *Mater. Des.* 2018, 140, 209.
- [48] Bagsik, A.; Schöppner, V.; Klemp, E. In *2012 Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium: An Additive Manufacturing Conference*; The Minerals, Metals & Materials Society, Austin, TX, USA, 2012; p 629.
- [49] Fitzharris, E. R.; Watanabe, N.; Rosen, D. W.; Shofner, M. L. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2018, 95, 2059.
- [50] Kaveh, M.; Badrossamay, M.; Foroozmehr, E.; Hemasian Etefagh, A. J. *Mater. Process. Technol.* 2015, 226, 280.
- [51] Ni, F.; Wang, G.; Zhao, H. J. *Appl. Polym. Sci.* 2017, 134, 69.
- [52] Valentan, B.; Kadivnik, Z.; Brajlilh, T.; Anderson, A.; Drstvensek, I. *Mater. Technol.* 2013, 47, 715.
- [53] Martin Spoerk, Clemens Holzer , Joamin Gonzalez-Gutierrez, *Material extrusion-based additive manufacturing of polypropylene: A review on how to improve dimensional inaccuracy and warpage*, *J. APPL. POLYM. SCI.* 2019, DOI: 10.1002/APP.48545.
- [54] Hämäläinen, J. *Master's Thesis*, Tampere University of Technology, 2017
- [55] Kaiser, W. In *Kunststoffchemie für Ingenieure*; Kaiser, W., Ed.; Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG: München, Germany, 2015; p I.
- [56] (2016) The plastictroubleshooter website. [Online]. Available: [http://www.plastictroubleshooter.com/ThePlasticTroubleshooter/molding\\_process.htm](http://www.plastictroubleshooter.com/ThePlasticTroubleshooter/molding_process.htm).

- [57] (2016) Dr. C-MOLD website. [Online]. Available: [http://www.dc.engr.scu.edu/cmdoc/dg\\_doc/develop/process/control/b1000005.htm#216464](http://www.dc.engr.scu.edu/cmdoc/dg_doc/develop/process/control/b1000005.htm#216464).
- [58] Koffi A., Koffi D., Toubal L., Injection Molding Parameters Influence on PE Composites Parts, International Journal of Engineering Research and Development e-ISSN: 2278-067X, p-ISSN: 2278-800X, www.ijerd.com Volume 12, Issue 10 (October 2016), PP.29-39.
- [59] C. Fetecau, F. Stan, D. Dobrea, D. C. Birsan, Influence of injection molding parameters on mechanical properties of low density polyethylene filled with multiwalled carbon nanotubes, Proceedings of the ASME 2011 International Mechanical Engineering Congress & Exposition IMECE2011, P. 1-7.
- [60] Taguchi, G., 1993, Taguchi on robust technology development, ASME, New York.
- [61] Roy, R.K., 2001, Design of Experiments Using the Taguchi Approach: 16 Steps to Product and Process Improvement, John Wiley & Sons.
- [62] R. Pantani, I. Coccorullo, V. Speranza, G. Titomanlio. Morphology evolution injection molding: Effect of packing pressure. Polymer, 48: 2778-2790, 2007.
- [63] E.G. Kim, J.K. Park, S.H. Jo. A study on fiber-reinforcing polymeric composites: Comparison between image processing results and numerical simulation. J. Mater. Process. Technol., 111: 225-232, 2001.
- [64] R. Cermak, M. Obadal, P. Ponizil, M. Polaskova, K. Stoklasa, A. Lengalova. Structure vs processing parameters. Eur. Polymer J., 41:1838-1845, 2005.
- [65] G. Canche- Escamila, J. Rodriguez-Laviada, J.I. Herrera-Franco. Flexural, impact and compressive properties of a rigid-thermoplastic matrix/cellulose fiber reinforced composites. Composites Part A: Applied Sci. Manuf., 33:539-549.
- [66] P.J. Herrera Franco, Valadez-Gonzalez. A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites. Composites Part B: Eng., 36:597-608, 2005.
- [67] K.L. Fung, X.S. Xing, R.K.Y. Li, S.C. Tjong, Y.W. Mai. An investigation on the processing of sisal fiber reinforced polypropylene composites. Composites Sci. Technol., 63: 1255-1258 2003.

- [68] Mukhopadhyay S and Fangueiro R. Physical modification of natural fibers and thermoplastic films for composites: a review. *J Thermoplast Compos Mater* 2009; 22: 135–162.
- [69]. Faruk O, Bledzki AK, Fink HP, et al. Bio composites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Prog Polym Sci* 2012; 37: 1552–1596.
- [70]. Li X, Tabil L and Panigrahi S. Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review. *J Polym Environ* 2007; 15: 25–33.
- [71] John MJ and Anandjiwala RD. Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. *Polym Compos* 2008; 29: 187–207.
- [72] Kalia S, Kaith BS and Kaur I. Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites: a review. *Polym Eng Sci* 2009; 49: 1253–1272
- [73] Keener TJ, Stuart RK and Brown TK. Maleated coupling agents for natural fibre composites. *Compos A* 2004; 35: 357–362.
- [74] Lu JZ, Wu Q and Negulescu II. Wood-fiber/high-density-polyethylene composites: coupling agent performance. *J Appl Polym Sci* 2005; 96: 93–102.
- [75] Rodrigue D and Leduc S. The influence of injection molding conditions and polymer composition on skin thickness and flexural properties of HDPE structural foams. In: PPS-19, Melbourne, Australia, 7–10 July 2003, paper no. 41.
- [76] Blanchet JF and Rodrigue D. The effect of skin thickness on the mechanical properties of structural foams. *Cell Polym* 2004; 23: 193–210.
- [77] Tovar-Cisneros C, Gonzalez Nunez R and Rodrigue D. Effect of mold temperature on morphology and mechanical properties of injection molded HDPE structural foams. *J Cell Plast* 2008; 44: 223–237.
- [78] C. Tissandier, R. C. Vazquez Fletes, R. González-Núñez, D. Rodrigue, Microcellular Agave Fibre-High Density Polyethylene Composites Produced by Injection Molding, *Journal of Materials Science and Engineering A* 2 (11) (2012) 677-692.
- [79] C. Tissandier, R. C. Vazquez Fletes, R. González-Núñez, D. Rodrigue, Asymmetric microcellular composites: Mechanical properties and modulus prediction, *Journal of Cellular Plastics*, 2015 0(0) 1–34.

- [80] C. Tissandier, R. C. Vazquez Fletes, R. González-Núñez, D. Rodrigue. Asymmetric microcellular composites: morphological properties. *J Cell Plast* 2014; 50: 449–473.
- [81] B.R. Bharath Kumar, M. Doddamani, Steven E. Zeltmann, N. Gupta, M.R. Ramesh, S. Ramakrishna, Processing of cenosphere/HDPE syntactic foams using an industrial scale polymer injection molding machine, *Materials and Design* 92 (2016) 414–423.
- [82] M. S. Sreekala, M. G. Kumaran, S. Thomas. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33, 763 (2002).
- [83] Breuer O, Sundararaj U. Big return from small fibers: a review of polymer/carbon nanotube composites. *Polym. Compos.* 2004; 25:630–645.
- [84] Coleman JN, Khan U, Blau WJ, Gunko YK. Small but strong: a review of the mechanical properties of carbon nanotube-polymer composites. *Carbon*. 2006; 44:1624–1652.
- [85] Liang GD, Tjong SC. Electrical properties of low-density polyethylene/multiwalled carbon nanotube nanocomposites. *Mater. Chem. Phys.* 2006; 100:132–137.
- [86] Abbasi S, Carreau PJ, Derdouri A. Flow induced orientation of multiwalled carbon nanotubes in polycarbonate nanocomposites: rheology, conductivity and mechanical properties. *Polymer*. 2010; 51:922–935.
- [87] Souier T, Santos S, Ghaferi A, Stefancich M, Chiesa M. Enhanced electrical properties of vertically aligned carbon nanotube-epoxy nanocomposites with high packing density. *Nanoscale Res. Lett.* 2012; 7:630. doi:10.1186/1556-276X-7-630.
- [88] Müller MT, Krause B, Kretzschmar B, Pötschke P. Influence of feeding conditions in twin-screw extrusion of PP/MWCNT composites on electrical and mechanical properties. *Compos. Sci. Technol.* 2011; 71(13):1535–1542.
- [89] Pötschke P, Bhattacharyya AR, Janke A. Morphology and electrical resistivity of melt mixed blends of polyethylene and carbon nanotube filled polycarbonate. *Polymer*. 2003; 44:8061–8069.
- [90] McNally T, Pötschke P, Halley P, Murphy M, Martin D, Bell SEJ, Brennan GP, Beinf D, Lemoine P, Quinn JP. Polyethylene multiwalled carbon nanotube composites. *Polymer*. 2005; 46:8222–8232.
- [91] Kim S, Suh N. Performance prediction of weldline structure in amorphous polymers. *Polym. Eng. Sci.* 1986; 26:1200–1207.



- [92] Chang TC, Faison E. III Optimization of weld line quality in injection molding using an experimental design approach. *J. Inj. Molding Technol.* 1999; 3:61–66.
- [93] Candal MV, Gordillo A, Santana OO, Sanchez JJ. Study of the adhesion strength on overmolded plastic materials using the essential work of interfacial fracture (EWIF) concept. *J. Mater. Sci.* 2008;43:5052–5060.
- [94] Rossa-Sierra A, Sanchez-Soto M, Illescas S, MasPOCH ML. Study on the interface behavoiuor between MABS/TPU bi-layer structures obtained through over molding. *Mater. Des.* 2009; 30:3979–3988.
- [95] Xiao KQ, Zhang LC, Zarudi I. Mechanical and rheological properties of carbon nanotube-reinforced polyethylene composites. *Compos. Sci. Technol.* 2007; 67:177–182.
- [96] Pegel S, Potschke P, Petzold G, Alig I, Dudkin SM, Lellinger D. Dispersion, agglomeration, and network formation of multiwalled carbon nanotubes in polycarbonate melts. *Polymer* 2008; 49:974–984.
- [97] Liang S, Wan K, Chen D, Zhang Q, Du R, Fu Q. Shear enhanced interfacial interaction between carbon nanotubes and polyethylene and formation of nanohybrid shish kebabs. *Polymer* 2008; 49:4925–4929.
- [98] Thiébaud F, Gelin JC. Multiwalled carbon nanotube/polypropylene composites: investigation of the melt processing by injection molding and analysis of the resulting mechanical behaviour. *Int. J. Mater. Form.* 2009; 2:149–152.
- [99] D.S. Xiong, S.R. Ge, Friction and wear properties of UHMWPE/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic under different lubricating conditions, *Wear* 250 (2001) 242–245.
- [100] C.Z. Liu, J.Q. Wu, J.Q. Li, L.Q. Ren, J. Tong, A.D. Arnell, Tribological behaviours of PA/UHMWPE blend under dry and lubricating condition, *Wear* 260 (2006) 109–115.
- [101] Y. Xue, W. Wu, O. Jacobs, B. Schädel, Tribological behaviour of UHMWPE/HDPE blends reinforced with multi-wall carbon nanotubes, *Polymer Testing* 25 (2006) 221–229.
- [102] Hsien-Chang Kuo, Ming-Chang Jeng, The influence of injection molding on tribological characteristics of ultra-high molecular weight polyethylene under dry sliding *Wear* 268 (2010) 803–810.
- [103] K.H Ho, M.C. Jeng, Tribological characteristics of short glass fiber reinforced polycarbonate composites, *Wear* 206 (1997) 60–68.

- [104] N Mohamad Raffi, D Kanagarajan and V Srinivasan, Wear behavior of irradiated ultrahigh-molecular weight polyethylene in a hip joint simulator, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 2014, 1-11.
- [105] Samuel Clark Ligon, Robert Liska, Jürgen Stampfl, Matthias Gurr, Rolf Mülhaupt, *Chem. Rev.* 2017, 117, 10212–10290.
- [106] Gebhardt, A. *Rapid Prototyping*; Hanser Verlag: Munich, DE, 2003.
- [107] ASTM International - Standards Worldwide; <http://www.astm.org/> (accessed Mar 25, 2014).
- [108] ASTM F2792-12a. Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies; ASTM International: West Conshohocken, PA, 2012.
- [109] Noorani, R. In *Rapid Prototyping. Principles and Applications*; Noorani, R., Ed.; Wiley: Hoboken, NJ, 2006; pp 34–56.
- [110] Ficko, M.; Drstvensek, I.; Brezocnik, M.; Balic, J.; Vaupotic, B. Prediction of Total Manufacturing Costs for Stamping Tool on the Basis of CAD-Model of Finished Product. *J. Mater. Process. Technol.* 2005, 164–165, 1327–1335.
- [111] Klempp, E. Einfluss des Rapid Prototyping auf Die Produktentwicklung. *IMW-Institutsmitteilung* 2000, 25, 33–36.
- [112] Wohlers, T.; Caffrey, T. *Wohlers Report 2013: Additive Manufacturing and 3D Printing State of the Industry*; Wohlers Associates: Fort Collins, CO, 2013.
- [113] Gebhardt, A. *Rapid Tooling. Der Schnelle Weg Zum Spritzgießwerkzeug.* *Kunststoffe* 1998, 88, 1992–2000.
- [114] Gebhardt, A. *Rapid Tooling. Der Schnelle Weg Zum Spritzgießwerkzeug.* *Kunststoffe* 1998, 88, 1992–2000.
- [115] Hull, C. W.; Jacobs, P. F. In *Fundamentals of Stereolithography*; Jacobs, P. F., Ed.; SME Publications: Dearborn, MI, 1992; pp 1–24.
- [116] McGurk, M.; Amis, A. A.; Potamianos, P.; Goodger, N. M. *Rapid Prototyping Techniques for Anatomical Modelling in Medicine.* *Ann. R. Coll. Surg. Engl.* 1997, 79, 169–174.
- [117] Meakin, J. R.; Shepherd, D. E. T.; Hukins, D. W. L. Short Communication: Fused Deposition Models from CT Scans. *Br. J. Radiol.* 2004, 77, 504–7.

- [118] Klare, M.; Altmann, R. Rapid Manufacturing in Der Hörgeräteindustrie. *RTeJournal* 2005, 2, 1–19.
- [119] Al-Ahmad, A.; Wiedmann-Al-Ahmad, M.; Carvalho, C.; Lang, M.; Follo, M.; Braun, G.; Wittmer, A.; Mülhaupt, R.; Hellwig, E. Bacterial and Candida Albicans Adhesion on Rapid Prototyping- Produced 3D-Scaffolds Manufactured as Bone Replacement Materials. *J. Biomed. Mater. Res., Part A* 2008, 87A, 933–943.
- [120] Laschke, M. W.; Rücker, M.; Jensen, G.; Carvalho, C.; Mülhaupt, R.; Gellrich, N. C.; Menger, M. D. Improvement of Vascularization of PLGA Scaffolds by Inosculation of in Situ- Preformed Functional Blood Vessels with the Host Microvasculature. *Ann. Surg.* 2008, 248, 939–948.
- [121] Laschke, M. W.; Rücker, M.; Jensen, G.; Carvalho, C.; Mülhaupt, R.; Gellrich, N. C.; Menger, M. D. Incorporation of Growth Factor Containing Matrigel Promotes Vascularization of Porous PLGA Scaffolds. *J. Biomed. Mater. Res., Part A* 2008, 85A, 397–407.
- [122] Rücker, M.; Laschke, M. W.; Junker, D.; Carvalho, C.; Schramm, A.; Mülhaupt, R.; Gellrich, N.-C.; Menger, M. D. Angiogenic and Inflammatory Response to Biodegradable Scaffolds in Dorsal Skinfold Chambers of Mice. *Biomaterials* 2006, 27, 5027–5038.
- [123] Rücker, M.; Laschke, M. W.; Junker, D.; Carvalho, C.; Tavassol, F.; Mülhaupt, R.; Gellrich, N.-C.; Menger, M. D. Vascularization and Biocompatibility of Scaffolds Consisting of Different Calcium Phosphate Compounds. *J. Biomed. Mater. Res., Part A* 2008, 86A, 1002–1011.
- [124] Wohlers Report 2017:3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry Annual Worldwide Progress Report; Wohlers Associates: Fort Collins, CO, 2017
- [125] Hofmann, M. 3D Printing Gets a Boost and Opportunities with Polymer Materials. *ACS Macro Lett.* 2014, 3, 382–386.
- [126] Jacobs, P. F. Stereolithography and Other RP&M Technologies - from Rapid Prototyping to Rapid Tooling; SME Publications: Dearborn, MI, 1996
- [127] Tumbleston, J. R.; Shirvanyants, D.; Ermoshkin, N.; Januszewicz, R.; Johnson, A. R.; Kelly, D.; Chen, K.; Pinschmidt, R.; Rolland, J. P.; Ermoshkin, A.; et al. Continuous Liquid Interface of 3D Objects. *Science* 2015, 347, 1349–1352.

- [128] Decker, C. Light-Induced Crosslinking Polymerization. *Polym. Int.* 2002, 51, 1141–1150.
- [129] Kruth, J.-P.; Levy, G. N.; Klocke, F.; Childs, T. H. C. Consolidation Phenomena in Laser and Powder-Bed Based Layered Manufacturing. *CIRP Ann.* 2007, 56, 730–759.
- [130] Agarwala, M.; Jamalabad, V.; Langrana, N.; Safari, A.; Whalen, P.; Danforth, S. C. Structural Quality of Parts Processed by Fused Deposition. *Rapid Prototyp. J.* 1996, 2, 4–19.
- [131] Lee, C. S.; Kim, S. G.; Kim, H. J.; Ahn, S. H. Measurement of Anisotropic Compressive Strength of Rapid Prototyping Parts. *J. Mater. Process. Technol.* 2007, 187–188, 627–630.
- [132] Kotlinski, J. Mechanical Properties of Commercial Rapid Prototyping Materials. *Rapid Prototyp. J.* 2014, 20, 499–510.
- [133] Chacón, J. M.; Caminero, M. A.; García-Plaza, E.; Núñez, P. J. Additive Manufacturing of PLA Structures Using Fused Deposition Modelling: Effect of Process Parameters on Mechanical Properties And their Optimal Selection. *Mater. Des.* 2017, 124, 143–157.
- [134] Jacobs, P. F.; Reid, D. T. *Rapid Prototyping & Manufacturing: Fundamentals of Stereolithography*; Society of Manufacturing Engineers: Dearborn, MI, 1992.
- [135] Tumbleston, J. R.; Shirvanyants, D.; Ermoshkin, N.; Januszewicz, R.; Johnson, A. R.; Kelly, D.; Chen, K.; Pinschmidt, R.; Rolland, J. P.; Ermoshkin, A.; et al. Continuous Liquid Interface Production of 3D Objects. *Science* 2015, 347, 1349–1352.
- [136] Josef Prusa's Mk2 Set to Enter the Multi-Color 3D Printer Race with a Clever Twist. <http://www.3ders.org/articles/20160929> (accessed Dec 29, 2016).
- [137] Vaezi, M.; Chianrabutra, S.; Mellor, B.; Yang, S. Multiple Material Additive Manufacturing – Part 1: A Review. *Virt. Phys. Prototyping* 2013, 8, 19–50.
- [138] Inamdar, A.; Magana, M.; Medina, F.; Grajeda, Y.; Wicker, R. Development of an Automated Multiple Material Stereolithography Machine. *SFF Symp. Proc.* 2006, 17, 624–635.
- [139] Choi, J.-W.; Kim, H.-C.; Wicker, R. Multi-Material Stereolithography. *J. Mater. Process. Technol.* 2011, 211, 318–328.

- [140] Lappo, K.; Jackson, B.; Wood, K.; Bourell, D.; Beaman, J. J. Discrete Multiple Material Selective Laser Sintering (M<sup>2</sup>SLS): Experimental Study of Part Processing. SFF Symp. Proc. 2003, 14, 109–119.
- [141] Xie, D.; Zhang, H. H.; Shu, X. Y.; Xiao, J. F.; Cao, S. Multi-Materials Drop-on-Demand Inkjet Technology Based on Pneumatic Diaphragm Actuator. Sci. China: Technol. Sci. 2010, 53, 1605–1611.
- [142] Mac Donald, E.; Wicker, R. Multiprocess 3D Printing for Increasing Component Functionality. Science 2016, 353, aaf2093.
- [143] Yardimci, A. M.; Guceri, S. I.; Danforth, S. C.; Agarwala, M.; Safari, A. Numerical Modeling of Fused Deposition Processing. Am. Soc. Mech. Eng. 1995, 69, 1225–1235.
- [144] Crump, S. S. (Stratasys, Inc.) Apparatus and Method for Creating Three-Dimensional Objects. U.S. Patent 5121329, 1992. (502).
- [145] RepRap Wiki. <http://reprap.org/> (accessed Jun 5, 2015).
- [146] Popularity of FDM. <https://wohlersassociates.com/blog/2016/01/popularity-of-fdm/> (accessed May 29, 2017).
- [147] Panwar, A.; Tan, L. P. Current Status of Bioinks for Micro-Extrusion-Based 3D Bioprinting. Molecules 2016, 21, 685.1–685.26.
- [148] Nathan-Walleser, T.; Lazar, I. M.; Fabritius, M.; Tolle, F. J.; Xia, Q.; Bruchmann, B.; Venkataraman, S. S.; Schwab, M. G.; Mülhaupt, R. 3D Micro-Extrusion of Graphene-Based Active Electrodes: Towards High-Rate Ac Line Filtering Performance Electrochemical Capacitors. Adv. Funct. Mater. 2014, 24, 4706–4716.
- [149] Ang, T. H.; Sultana, F. S. A.; Hutmacher, D. W.; Wong, Y. S.; Fuh, J. Y. H.; Mo, X. M.; Loh, H. T.; Burdet, E.; Teoh, S. H. Fabrication of 3D Chitosan-Hydroxyapatite Scaffolds Using a Robotic Dispensing System. Mater. Sci. Eng., C 2002, C20, 35–42.
- [150] Landers, R.; Hübner, U.; Schmelzeisen, R.; Mülhaupt, R. Rapid Prototyping of Scaffolds Derived from Thermoreversible Hydrogels and Tailored for Applications in Tissue Engineering. Biomaterials 2002, 23, 4437–4447.
- [151] Oh, C.-H.; Hong, S.-J.; Jeong, I.; Yu, H.-S.; Jegal, S.-H.; Kim, H.-W. Development of Robotic Dispensed Bioactive Scaffolds and Human Adipose-Derived Stem Cell Culturing for Bone Tissue Engineering. Tissue Eng., Part C 2010, 16, 561–571.

- [152] Kikuchi, T.; Yoshikawa, C.; Okumura, T. Studies on the Mechanical Properties of PC Prototype Models Made with Fused Deposition Modeling Polycarbonate Machines. *Seikei Kako* 2005, 17, 38–41.
- [153] Mohamed, O. A.; Masood, S. H.; Bhowmik, J. L. Optimization of Fused Deposition Modeling Process Parameters: A Review of Current Research and Future Prospects. *Adv. Manuf.* 2015, 3, 42–53.
- [154] Novakova-Marcincinova, L.; Novak-Marcincin, J. Testing of the ABS Materials for Application in Fused Deposition Modeling Technology. *Appl. Mech. Mater.* 2013, 309, 133–140.
- [155] Wendel, B.; Rietzel, D.; Kuehnlein, F.; Feulner, R.; Huelder, G.; Schmachtenberg, E. Additive Processing of Polymers. *Macromol. Mater. Eng.* 2008, 293, 799–809.
- [156] Lombardi, J. L.; Artz, G. J.; Popovich, D.; Vaidyanathan, R.; Boggavarapu, S. Issues Associated with the Development of a Water-Soluble Support Material for Use in Extrusion Free forming & Fused Deposition Modeling. *SFF Symp. Proc.* 1998, 511–517.
- [157] Ahn, D.; Kweon, J.-H.; Kwon, S.; Song, J.; Lee, S. Representation of Surface Roughness in Fused Deposition Modeling. *J. Mater. Process. Technol.* 2009, 209, 5593–5600.
- [158] Sood, A. K.; Ohdar, R. K.; Mahapatra, S. S. Parametric Appraisal of Mechanical Property of Fused Deposition Modelling Processed Parts. *Mater. Eng.* 2009, 31, 287–295.
- [159] Thrimurthulu, K.; Pandey, P. M.; Reddy, N. V. Optimum Part Deposition Orientation in Fused Deposition Modeling. *Int. J. Mach. Tool Manu.* 2003, 44, 585–594.
- [160] Sood, A. K.; Ohdar, R. K.; Mahapatra, S. S. Improving Dimensional Accuracy of Fused Deposition Modelling Processed Part Using Grey Taguchi Method. *Mater. Eng.* 2009, 30, 4243–4252.
- [161] Jiang, K. Y.; Gu, Y. H. Controlling Parameters for Polymer Melting and Extrusion in FDM. *Key Eng. Mater.* 2004, 259–260, 667– 671.
- [162] Ahn, S.-H.; Montero, M.; Odell, D.; Roundy, S.; Wright, P. K. Anisotropic Material Properties of Fused Deposition Modeling ABS. *Rapid Prototyp. J.* 2002, 8, 248–257.
- [163] Spoerk, M.; Gonzalez-Gutierrez, J.; Kukla, C.; Schuschnigg, S.; Holzer, C. In *PPS 2016 Asia/Australia Conference*; Qi, W., Ed.; Chengdu, China, 2016.

- [164] Han, W.; Jafari, M. A.; Seyed, K. Process Speeding up via Deposition Planning in Fused Deposition-Based Layered Manufacturing Processes. *Rapid Prototyp. J.* 2003, 9, 212–218.
- [165] Valkenaers, H.; Vogeler, F.; Ferraris, E.; Voet, A.; Kruth, J.-P. 2013.
- [166] Gilmer, E. L.; Miller, D.; Chatham, C. A.; Zawaski, C.; Fallon, J. J.; Pekkanen, A.; Long, T. E.; Williams, C. B.; Bortner, M. J. *Polymer*. 2018, 152, 51.
- [167] Spoerk, M.; Savandaiah, C.; Arbeiter, F.; Sapkota, J.; Holzer, C. *Polym. Compos.* 2019, 40, 638.
- [168] Spoerk, M.; Gonzalez-Gutierrez, J.; Kukla, C.; Schuschnigg, S.; Holzer, C. In *PPS 2016 Asia/Australia Conference*; Qi, W., Ed.; Chengdu, China, 2016.
- [169] Sharma, R.; Singh, R.; Penna, R.; Fraternali, F. *Composites Part B*. 2018, 132, 237.
- [170] Zhou, Y.-G.; Su, B.; Turng, L.-S. *Rapid Prototyp. J.* 2017, 23, 869.
- [171] Spoerk, M.; Sapkota, J.; Weingrill, G.; Fischinger, T.; Arbeiter, F.; Holzer, C. *Macromol. Mater. Eng.* 2017, 302, 1700143.
- [172] Spoerk, M.; Arbeiter, F.; Raguž, I.; Weingrill, G.; Fischinger, T.; Traxler, G.; Schuschnigg, S.; Cardon, L.; Holzer, C. *Macromol. Mater. Eng.* 2018, 303, 1800179.
- [173] Zhong, W.; Li, F.; Zhang, Z.; Song, L.; Li, Z. *Mater. Sci. Eng. A*. 2001, 301, 125.
- [174] Khudiakova, A.; Arbeiter, F.; Spoerk, M.; Wolfahrt, M.; Godec, D.; Pinter, G. *Addit. Manuf.* 2019, 28, 184.
- [175] Spoerk, M.; Arbeiter, F.; Cajner, H.; Sapkota, J.; Holzer, C. *J. Appl. Polym. Sci.* 2017, 134, 45401.
- [176] Arbeiter, F.; Spoerk, M.; Wiener, J.; Gosch, A.; Pinter, G. *Polym. Test.* 2018, 66, 105.
- [177] Gunduz, I. E.; McClain, M. S.; Cattani, P.; Chiu, G. T.-C.; Rhoads, J. F.; Son, S. F. *Addit. Manuf.* 2018, 22, 98.
19. Beran, T.; Mulholland, T.; Henning, F.; Rudolph, N.; Osswald, T. A. *Addit. Manuf.* 2018, 23, 206.
- [178] Wang, L.; Gramlich, W.; Gardner, D. J.; Han, Y.; Tajvidi, M. J. *Compos. Sci.* 2018, 2, 7.
- [179] Carneiro, O. S.; Silva, A. F.; Gomes, R. *Mater. Des.* 2015, 83, 768.

- [180] Tseng, J.-W.; Liu, C.-Y.; Yen, Y.-K.; Belkner, J.; Bremicker, T.; Liu, B. H.; Sun, T.-J.; Wang, A.-B. *Mater. Des.* 2018, 140, 209.
- [181] Spoerk, M.; Gonzalez-Gutierrez, J.; Lichal, C.; Cajner, H.; Berger, G. R.; Schuschnigg, S.; Cardon, L.; Holzer, C. *Polymers*. 2018, 10, 490.
- [182] Spoerk, M.; Gonzalez-Gutierrez, J.; Sapkota, J.; Schuschnigg, S.; Holzer, C. *Plast. Rubber Compos.* 2018, 47, 17.
- [183] Fastermann, P. *3D-Druck/rapid Prototyping: Eine Zukunftstechnologie—kompakt erklärt*; Berlin, Germany: Springer Vieweg, 2012.
- [184] Gurr, M.; Mülhaupt, R. In *Comprehensive Materials Processing*; Hashmi, S.; Batalha, G. F.; van Tyne, C. J.; Yilbas, B., Eds.; Elsevier: Oxford, UK, 2014; p 77.
- [185] Wohlers, T. T.; Caffrey, T.; Campbell, R. I. *WohlersReport 2017: 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry: Annual Worldwide Progress Report*; Wohlers Associates: Fort Collins, CO, 2017.
- [186] Grande, J. Arevo Labs announces Carbon Fiber and Nanotube-reinforced High-Performance materials for 3D Printing Process; 2014. Available online: [https://www.solvay.com/en/media/press\\_releases/20140324-Arevo.html](https://www.solvay.com/en/media/press_releases/20140324-Arevo.html) (accessed on 6 March 2019).
- [187] Stratasys Ltd. FDM Thermoplastics: Find your FDM thermoplastic; 2015. Available online: <http://www.stratasys.com/materials/fdm> (accessed on 27 July 2017).
- [188] MatterHackers. 3D printer filament. Available online: <https://www.matterhackers.com/store/3d-printer-filament?clk=bing> (accessed on 27 July 2017).
- [189] Herz Austria GmbH; 2019. Available online: <https://www.herz-filament.at/de/> (accessed on 6 March 2019).
- [190] EVO-tech GmbH. 2019. Available online: <https://evotech.eu/> (accessed on 6 March 2019).
- [191] Ligon, S. C.; Liska, R.; Stampfl, J.; Gurr, M.; Mülhaupt, R. *Chem. Rev.* 2017, 117, 10212.
- [192] Bagsik, A.; Schöppner, V.; Klemp, E. In *2012 Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium: An Additive Manufacturing Conference*; The Minerals, Metals & Materials Society, Austin, TX, USA, 2012; p 629.



- [193] Fitzharris, E. R.; Watanabe, N.; Rosen, D. W.; Shofner, M. L. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2018, 95, 2059.
- [194] Kaveh, M.; Badrossamay, M.; Foroozmehr, E.; Hemasian Etefagh, A. J. *Mater. Process. Technol.* 2015, 226, 280.
- [195] Ni, F.; Wang, G.; Zhao, H. J. *Appl. Polym. Sci.* 2017, 134, 69.
- [196] Valentan, B.; Kadivnik, Z.; Brajlilh, T.; Anderson, A.; Drstvensek, I. *Mater. Technol.* 2013, 47, 715.
- [197] He, J.; Chen, J.; Hellwich, K.-H.; Hess, M.; Horie, K.; Jones, R. G.; Kahovec, J.; Kitayama, T.; Kratochvíl, P.; Meille, S. V.; Mita, I.; dos Santos, C.; Vert, M.; Vohlídal, J. *Pure Appl. Chem.* 2014, 86, 473.
- [198] Singamneni, S.; Huang, B.; Davidson, K. In *ASME/ISCIE 2012 International Symposium on Flexible Automation*, St. Louis, Missouri, USA, ASME, 2012; p 469.
- [199] Zhansitov, A. A.; Khashirova, S. Y.; Slonov, A. L.; Kurdanova, Z. I.; Shabaev, A. S.; Khashirov, A. A.; Mikitaev, A. K. *High perform. Polym.* 2017, 29, 724.
- [200] Tellis, B. C.; Szivek, J. A.; Bliss, C. L.; Margolis, D. S.; Vaidyanathan, R. K.; Calvert, P. *Mater. Sci. Eng. C.* 2009, 28, 171.
- [201] Gnanasekaran, K.; Heijmans, T.; van Bennekom, S.; Woldhuis, H.; Wijnia, S.; de With, G.; Friedrich, H. *Appl. Mater. Today.* 2017, 9, 21.
- [202]. Pekkanen, A. M.; Zawaski, C.; Stevenson, A. T.; Dickerman, R.; Whittington, A. R.; Williams, C. B.; Long, T. E. *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 2017, 9, 12324.
- [203] Zein, I.; Hutmacher, D. W.; Tan, K. C.; Teoh, S. H. *Biomaterials.* 2002, 23, 1169.
- [204]. Hutmacher, D. W.; Schantz, T.; Zein, I.; Ng, K. W.; Teoh, S. H.; Tan, K. C. J. *Biomed. Mater. Res.* 2001, 55, 203.
- [205] Teo, E. Y.; Ong, S.-Y.; Chong, M. S. K.; Zhang, Z.; Lu, J.; Moochhala, S.; Ho, B.; Teoh, S.-H. *Biomaterials.* 2011, 32, 279.
- [206] Tong, C.; Kee-Hai, H.; Swee-Hin, T. *Tissue Eng.* 2003, 9, 103.
- [207]. Xuan, Y.; Tang, H.; Wu, B.; Ding, X.; Lu, Z.; Li, W.; Xu, Z. J. *Biomed. Mater. Res., Part A.* 2014, 102, 3401.
- [208] Chaunier, L.; Guessasma, S.; Belhabib, S.; Della Valle, G.; Lourdin, D.; Leroy, E. *Addit. Manuf.* 2018, 21, 220.

- [209] Bose, S.; Ke, D.; Sahasrabudhe, H.; Bandyopadhyay, A. *Prog. Mater. Sci.* 2018, 93, 45.
- [210] Plott, J.; Shih, A. *Addit. Manuf.* 2017, 17, 1.
- [211] Zander, N. E.; Gillan, M.; Lambeth, R. H. *Addit. Manuf.* 2018, 21, 174.
- [212] Stoof, D.; Pickering, K. In *Processing and Fabrication of Advanced Materials - XXV*; Bickerton, S.; Lin, R. J.-T.; Somashekar, A. A.; Singh, I.; Srivatsan, T. S., Eds., Jönköping, SE; 2017; p 668.
- [305] Cruz Sanchez, F. A.; Boudaoud, H.; Hoppe, S.; Camargo, M. *Addit. Manuf.* 2017, 17, 87.
- [213] Cano, S.; Gonzalez-Gutierrez, J.; Sapkota, J.; Spoerk, M.; Arbeiter, F.; Schuschnigg, S.; Holzer, C.; Kukla, C. *Addit. Manuf.* 2019, 26, 117.
- [214] Gonzalez-Gutierrez, J.; Cano, S.; Schuschnigg, S.; Kukla, C.; Sapkota, J.; Holzer, C. *Materials*, 2018, 11, 840.
- [215]. Hämmäläinen, J. Master's Thesis, Tampere University of Technology, 2017.
- [216] Kaiser, W. In *Kunststoffchemie für Ingenieure*; Kaiser, W., Ed.; Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG: München, Germany, 2015; p I.
- [217] Form Futura. 2019. Available online: <https://www.formfutura.com/> (accessed on 6 March 2019).
- [218] Nile Polymers. 2019. Available online: <https://nilepolymers.com/> (accessed on 6 March 2019).
- [219] Lehmann&Voss&Co. 2019. Available online: <https://www.luvocom.de/de/produkte/3d-druck-materialien/> (accessed on 6 March 2019).
- [220] Spoerk, M.; Savandaiah, C.; Arbeiter, F.; Traxler, G.; Cardon, L.; Holzer, C.; Sapkota, J. *Compos. A: Appl. Sci. Manuf.* 2018, 113, 95.
- [221] NinjaTek. 2019. Available online: <https://ninjatek.com/> (accessed on 6 March 2019).
- [222] Landers, R.; Mülhaupt, R. Desktop Manufacturing of Complex Objects, Prototypes and Biomedical Scaffolds by Means of Computer- Assisted Design Combined with Computer-Guided 3D Plotting of Polymers and Reactive Oligomers. *Macromol. Mater. Eng.* 2000, 282,17–21.
- [223] Muelhaupt, R.; Landers, R.; John, H. (Envision Technologies GmbH) Device and Method for the Production of Three-Dimensional Objects. *Int. Patent App.* WO2001078968A1, 2001.

- [224] de Hazan, Y.; Wozniak, M.; Heinecke, J.; Müller, G.; Märkl, V.; Graule, T. Advanced Processing and Manufacturing Technologies for Structural and Multifunctional Materials IV; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, 2010; pp 85–95.
- [225] Pfister, A.; Landers, R.; Laib, A.; Hübner, U.; Schmelzeisen, R.; Mülhaupt, R. Biofunctional Rapid Prototyping for Tissue-Engineering Applications: 3D Bioplotting Versus 3D Printing. *J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem.* 2004, 42, 624–638.
- [226] Carvalho, C.; Landers, R.; Muelhaupt, R. Soft and Hard Implant Fabrication Using 3D-Bioplotting. *SFF Symp. Proc.* 2004, 732–741.
- [227] Tibbits, S. J. E.; Dikovsky, D.; Hirsch, S. (Massachusetts Institute of Technology; Stratasys Ltd.) Object of Additive Manufacture with Encoded Predicted Shape Change. U.S. Patent App. 2015084422A1, 2015.
- [228] Tibbits, S. 4D Printing: Multi-Material Shape Change. *Archit. Design* 2014, 84, 116–121.
- [229] Momeni, F.; M. Mehdi Hassani, N. S.; Liu, X.; Ni, J. A Review of 4D Printing. *Mater. Des.* 2017, 122, 42–79.
- [230] Raviv, D.; Zhao, W.; McKnelly, C.; Papadopoulou, A.; Kadambi, A.; Shi, B.; Hirsch, S.; Dikovsky, D.; Zyracki, M.; Olguin, C.; et al. Active Printed Materials for Complex Self-Evolving Deformations. *Sci. Rep.* 2015, 4, 7422.
- [231] Choi, J.; Kwon, O. C.; Jo, W.; Lee, H. J.; Moon, M. W. 4D Printing Technology: A Review. *3D Print. Addit. Manuf.* 2015, 2, 159–167.
- [232] Gao, B.; Yang, Q. Z.; Zhao, X.; Jin, G. R.; Ma, Y. F.; Xu, F. 4D Bioprinting for Biomedical Applications. *Trends Biotechnol.* 2016, 34, 746–756.
- [233] Li, Y.-C.; Zhang, Y. S.; Akpek, A.; Shin, S. R.; Khademhosseini, A. 4D Bioprinting: The Next-Generation Technology for Biofabrication Enabled by Stimuli-Responsive Materials. *Biofabrication* 2017, 9, 012001.
- [234] Bakarich, S. E.; Gorkin, R., III; Naficy, S.; Gately, R.; in het Panhuis, M.; Spinks, G. M. 3D/4D Printing Hydrogel Composites: A Pathway to Functional Devices. *MRS Adv.* 2016, 1, 521–526.
- [235] Kong, Y. L.; Gupta, M. K.; Johnson, B. N.; McAlpine, M. C. 3D Printed Bionic Nanodevices. *Nano Today* 2016, 11, 330–350.

- [236] Pei, E. J. 4D Printing: Dawn of an Emerging Technology Cycle. *Assembly Autom.* 2014, 34, 310–314.
- [237] Gladman, A. S.; Matsumoto, E. A.; Mahadevan, L.; Lewis, J. A.; Gladman, A. S.; Matsumoto, E. A.; Mahadevan, L.; Lewis, J. A.; Nuzzo, R. G.; Mahadevan, L. Biomimetic 4D Printing. *Nat. Mater.* 2016, 15, 413–8.
- [238] Correa, D.; Papadopoulou, A.; Guberan, C.; Jhaveri, N.; Reichert, S.; Menges, A.; Tibbitts, S. 3D-Printed Wood: Programming Hygroscopic Material Transformations. *3D Print. Addit. Manuf.* 2015, 2, 106–116.
- [239] Ge, Q.; Dunn, C. K.; Qi, H. J.; Dunn, M. L. Active Origami by 4D Printing. *Smart Mater. Struct.* 2014, 23, 094007.
- [240] Ge, Q.; Qi, H. J.; Dunn, M. L. Active Materials by Four- Dimension Printing. *Appl. Phys. Lett.* 2013, 103, 131901.
- [241] Ge, Q.; Sakhaei, A. H.; Dunn, M. L.; Ge, Q.; Lee, H.; Fang, N. X.; Dunn, C. K. Multimaterial 4D Printing with Tailorable Shape Memory Polymers. *Sci. Rep.* 2016, 6, 31110.
- [242] Huang, L.; Wu, J.; Bai, H.; Li, B.; Zhao, Q.; Xie, T.; Jiang, R.; Song, J. Ultrafast Digital Printing toward 4D Shape Changing Materials. *Adv. Mater.* 2017, 29, 1605390.
- [243] Flores Ituarte, I.; Wiikinkoski, O.; Jansson, A. *Polymers.* 2018, 10, 1293
- [244] Ehrenstein, G. W. *Polymer Werkstoffe: Struktur - Eigenschaften - Anwendung*; Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG: München, Germany, 2011.
- [245], M. Additives for Polyolefins: Getting the Most out of Polypropylene, Polyethylene and TPO; William Andrew Pub: Oxford, UK, 2009.
- [246] Karian, H. G. *Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites*; Marcel Dekker: New York, NY, 2003.
- [247] Safka, J.; Ackermann, M.; Martis, D. S. 2016, 2016, 1573.
- [248] Zaldivar, R. J.; Mclouth, T. D.; Ferrelli, G. L.; Patel, D. N.; Hopkins, A. R.; Witkin, D. *Addit. Manuf.* 2018, 24, 457.
- [249] Passaglia, E.; Martin, G. M. *J. Res. Natl. Bur. Stan. Sect. A.* 1964, 68A, 273
- [250] Jagenteufel, R.; Hofstaetter, T.; Kamleitner, F.; Pedersen, B. D.; Tosello, G.; Hansen, N. H. *AML.* 2017, 8, 712.

- [251] Spoerk, M.; Savandaiah, C.; Arbeiter, F.; Schuschnigg, S.; Holzer, C. Presented at ANTEC Anaheim 2017, The Plastics Technology Conference, Anaheim, CA, USA, 2017.
- [252] Awaja, F.; Gilbert, M.; Kelly, G.; Fox, B.; Pigram, P. J. *Prog. Polym. Sci.* 2009, 34, 948.
- [253] Fischer, J. M. *Mold Shrinkage and Warpage Handbook*; Plastics Design Library; William Andrew, Inc.: Norwich, NY, 2002.
- [254] Ehrenstein, G. W.; Riedel, G.; Trawiel, P. *Thermal Analysis of Plastics: Theory and Practice*; Hanser: München, Germany, 2004.
- [255] Jin, M.; Giesa, R.; Neuber, C.; Schmidt, H.-W. *Macromol. Mater. Eng.* 2018, 23, 1800507.
- [256] Ahn, S.-H.; Montero, M.; Odell, D.; Roundy, S.; Wright, P. K. *Rapid Prototyp. J.* 2002, 8, 248.
- [257] Ferreira, R. T. L.; Amatte, I. C.; Dutra, T. A.; Bürger, D. *Composites Part B.* 2017, 124, 88.
- [258] Carneiro, O. S.; Silva, A. F.; Gomes, R. *Mater. Des.* 2015, 83, 768.
- [259] Spoerk, M.; Savandaiah, C.; Arbeiter, F.; Traxler, G.; Cardon, L.; Holzer, C.; Sapkota, J. *Compos. A: Appl. Sci. Manuf.* 2018, 113, 95.
- [260] Wang, L.; Palmer, J.; Tajvidi, M.; Gardner, D. J.; Han, Y. *J Therm. Anal. Calorim.* 2018, 293, 799.
- [261] Peng, X.; He, H.; Jia, Y.; Liu, H.; Geng, Y.; Huang, B.; Luo, C. *J. Mater. Sci.* 2019, 110, 442.
- [262] Mohan, N.; Senthil, P.; Vinodh, S.; Jayanth, N. *Virtual Phys. Prototyp.* 2017, 12, 47.
- [263] Kalsoom, U.; Nesterenko, P. N.; Paull, B. *RSC Adv.* 2016, 6, 60355.
- [264] Parandoush, P.; Lin, D. *Compos. Struct.* 2017, 182, 36.
- [265] Wang, L.; Gardner, D.J. *SPEPRO* 2017.
- [266] Wang, L.; Gardner, D. J.; Bousfield, D. W. *Polym. Eng. Sci.* 2017, 293, 804.
- [267] Gray, R. W.; Baird, D. G.; Böhn, J. H. *Polym. Compos.* 1998, 19, 383.
- [268] Gray, R. W.; Baird, D. G.; Helge Bøhn, J. *Rapid Prototyp. J.* 1998, 4, 14.
- [269] Long, H.; Wu, Z.; Dong, Q.; Shen, Y.; Zhou, W.; Luo, Y.; Zhang, C.; Dong, X. *Polym. Eng. Sci.* 2018, 109, 277.

- [270] Milosevic, M.; Stoof, D.; Pickering, K. L. *J. Compos. Sci.* 2017, 1, 7.
- [271] Sodeifian, G.; Ghaseminejad, S.; Akbar Yousefi, A. *Results Phys.* 2018, 12, 205.
- [272] Spoerk, M.; Arbeiter, F.; Raguž, I.; Holzer, C.; Gonzalez-Gutierrez, J. *Polymers.* 2019, 11, 1318.
- [273] Stoof, D.; Pickering, K. *Composites Part B.* 2018, 135, 110.
- [274] Pickering, K.; Stoof, D. *J. Compos. Sci.* 2017, 1, 17.
- [275]. Kaynak, B.; Spoerk, M.; Shirole, A.; Ziegler, W.; Sapkota, J. *Macromol. Mater. Eng.* 2018, 303, 1800037.
- [276]. Zheng, R.; Kennedy, P.; Phan-Thien, N.; Fan, X.-J. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* 1999, 84, 159.
- [277]. Love, L. J.; Kunc, V.; Rios, O.; Duty, C. E.; Elliott, A. M.; Post, B. K.; Smith, R. J.; Blue, C. A. *J. Mater. Res.* 2014, 29, 1893.
- [278] Carslaw, H. S.; Jaeger, J. C. *Conduction of Heat in Solids*; Oxford University Press: Oxford, MA, 1959.
- [279] Carl G. Schirmeister<sup>a,b,1</sup>, Timo Heesa<sup>a,c,1</sup>, Erik H. Lichtb, Rolf Mülhaupt 3D printing of high-density polyethylene by fused filament fabrication, *Additive Manufacturing* 28 (2019) 152–159.
- [280] S.C. Ligon, R. Liska, J. Stampfl, M. Gurr, R. Mülhaupt, *Polymers for 3D printing and customized additive manufacturing*, *Chem. Rev.* 117 (15) (2017) 10212–10290.
- [281] S.S. Crump, *Apparatus and method for creating three-dimensional objects* (US5121329A), 1992.
- [282] X. Wang, M. Jiang, Z. Zhou, J. Gou, D. Hui, 3D printing of polymer matrix composites: a review and prospective, *Compos. Part B Eng.* 110 (2017) 442–458.
- [283] J. Fischer, *Handbook of Molded Part Shrinkage and Warpage*, William Andrew, Oxford, 2012.
- [284] M. Stürzel, S. Mihan, R. Mülhaupt, *From multisite polymerization catalysis to sustainable materials and all-polyolefin composites*, *Chem. Rev.* 116 (3) (2015) 1398–1433.
- [285] Ultimaker. <https://ultimaker.com/en/products/materials/pp>, (Accessed 7 February 2019).
- [286] M. Spoerk, F. Arbeiter, I. Raguž, G. Weingrill, T. Fischinger, G. Traxler, et al.,

- Polypropylene filled with glass spheres in extrusion-based additive manufacturing: effect of filler size and printing chamber temperature, *Macromol. Mater. Eng.* (2018) 1800179.
- [287] M. Spoerk, J. Sapkota, G. Weingrill, T. Fischinger, F. Arbeiter, C. Holzer, Shrinkage and warpage optimization of expanded-perlite-filled polypropylene composites in extrusion-based additive manufacturing, *Macromol. Mater. Eng.* 302 (10) (2017) 1700143.
- [288] Filaments.ca 3D Printer Filaments Canada, (2019) (Accessed 6 February 2019), <https://filaments.ca/products/hdpe-filament-natural-1-75mm?variant=42590589320>.
- [289] B. Kaynak, M. Spoerk, A. Shirole, W. Ziegler, J. Sapkota, Polypropylene/Cellulose composites for material extrusion additive manufacturing, *Macromol. Mater. Eng.* 303 (5) (2018) 1800037.
- [290] M. Spoerk, J. Gonzalez-Gutierrez, C. Lichal, H. Cajner, G.R. Berger, S. Schuschnigg, et al., Optimisation of the adhesion of polypropylene-based materials during extrusion-based additive manufacturing, *Polymers* 10 (5) (2018) 490.
- [291] M. Spoerk, C. Savandaiah, F. Arbeiter, J. Sapkota, C. Holzer, Optimization of mechanical properties of glass-spheres-filled polypropylene composites for extrusion-based additive manufacturing, *Polym. Compos.* 40 (2) (2017) 638–651.
- [292] M. Spoerk, C. Savandaiah, F. Arbeiter, G. Traxler, L. Cardon, C. Holzer, et al., Anisotropic properties of oriented short carbon fibre filled polypropylene parts fabricated by extrusion-based additive manufacturing, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 113 (2018) 95–104.
- [293] O.S. Carneiro, A.F. Silva, R. Gomes, Fused deposition modeling with polypropylene, *Mater. Des.* 83 (2015) 768–776.
- [294] F. Daver, E. Baez, R.A. Shanks, M. Brandt, Conductive polyolefin–rubber nanocomposites with carbon nanotubes, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 80 (2016) 13–20.
- [295] A.S. Bala, S. Wahab, M. Ahmad, Experimental study on mechanical properties of Polypropylene/ultra-high molecular weight polyethylene blend processed by fused deposition modeling, *Adv. Sci. Lett.* 24 (6) (2018) 4188–4192.
- [296] C.R. Rocha, A.R.T. Perez, D.A. Roberson, C.M. Shemelya, E. MacDonald,

- R.B. Wicker, Novel ABS-based binary and ternary polymer blends for material extrusion 3D printing, *J. Mater. Res.* 29 (17) (2014) 1859–1866.
- [297] R. Araujo Borges, D. Choudhury, M. Zou, 3D printed PCU/UHMWPE polymeric blend for artificial knee meniscus, *Tribol. Int.* 122 (2018) 1–7.
- [298] N. Decker, A. Yee, Assessing the use of binary blends of acrylonitrile butadiene styrene and post-consumer high density polyethylene in fused filament fabrication, *Int. J. Addit. Subtractive Mater. Manuf.* 1 (2) (2017) 161–171.
- [299] W. Zhong, F. Li, Z. Zhang, L. Song, Z. Li, Short fiber reinforced composites for fused deposition modeling, *Mater. Sci. Eng. A* 301 (2) (2001) 125–130.
- [300] Siewhui Chong, Guan-Ting Pan<sup>2</sup>, Mohammad Khalid, Thomas C.-K. Yang, Shuo-Ting Hung<sup>3</sup>, Chao-Ming Huang Physical Characterization and Pre-assessment of Recycled High-Density Polyethylene as 3D Printing Material *J. Polym Environ* (2017) 25:136–145
- [301] Fang Peng, Haowei Jiang, Adam Woods, Piljae Joo, Eric J. Amis, Nicole S. Zacharia, and Bryan D. Vogt 3D Printing with Core–Shell Filaments Containing High- or Low-Density Polyethylene Shells *ACS Appl. Polym. Mater.* 2019, 1, 275–285.
- [302] Daniel Filgueira <sup>1</sup> ID, Solveig Holmen <sup>2</sup>, Johnny K. Melbø <sup>3</sup>, Diego Moldes <sup>1</sup>, Andreas T. Echtermeyer <sup>2</sup> and Gary Chinga-Carrasco 3D Printable Filaments Made of Biobased Polyethylene Biocomposites *Polymers* 2018, 10, 314.
- [303] Piotr Olesik, Marcin Godzierz and Mateusz Koziol Preliminary Characterization of Novel LDPE-Based Wear-Resistant Composite Suitable for FDM 3D Printing Materials 2019, 12, 2520; doi:10.3390/ma12162520.
- [304] Aniket Gudadhe, Nirmalya Bachhar, Anil Kumar, Prem Andrade, and Guruswamy Kumaraswamy, Three-Dimensional Printing with Waste High-Density Polyethylene *ACS Appl. Polym. Mater.* 2019, 1, 3157–3164.
- [305] A. Le Duigou , M. Castro , R. Bevan, N.Martin, 3D printing of wood fibre bio composites: /From mechanical to actuation functionality, *Materials and Design* 96 (2016) 106–114.
- [306] O. Faruk, A.K. Bledzki, H.-P. Fink, M. Sain, Bio composites reinforced with natural fibers: 2000–2010, *Prog. Polym. Sci.* 37 (2012) 1552–1596, <http://dx.doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003>.



- [101] S.S. Crump, Apparatus and Method for Creating Three-dimensional Objects, 1992 15.
- [307] S.-H. Ahn, M. Montero, D. Odell, S. Roundy, P.K. Wright, Anisotropic material properties of fused deposition modeling ABS, *Rapid Prototyp. J.* 8 (2002) 248–257, <http://dx.doi.org/10.1108/13552540210441166>.
- [308] D. Espalin, J. Ramirez, F. Medina, R. Wicker, Multi-material, multi-technology FDM: exploring build process variations, *Rapid Prototyp. J.* 20 (2014) 236–244.
- [309] B.M. Tymrak, M. Kreiger, J.M. Pearce, Mechanical properties of components fabricated with open-source 3-D printers under realistic environmental conditions, *Mater. Des.* 58 (2014) 242–246, <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2014.02.038>.
- [310] D. Correa, A. Papadopoulou, C. Guberan, N. Jhaveri, S. Reichert, A. Menges, et al., 3D printing wood: programming hygroscopic material transformations, *3D Print Addit. Manuf.* 2 (2015) 106–116.
- [311] S. Tibitts, The Emergence of 4D Printing, TED Talks2013.
- [312] D. Raviv, Z. Wei, C. McKnelly, A. Papadopoulou, A. Kadambi, B. Shi, et al., Active printed materials for complex self-evolving deformations, *Sci. Rep.* 4 (2014) 1–8.
- [313] Q. Ge, C.K. Dunn, H.J. Qi, M.L. Dunn, Active origami by 4D printing, *Smart Mater. Struct.* 23 (2014) 094007, <http://dx.doi.org/10.1088/0964-1726/23/9/094007>.
- [314] M. Rugeberg, I. Burgert, Bio-inspired wooden actuators for large scale applications, *PLoS One* 10 (2015) 1–16.
- [315] A. Holstov, B. Bridgens, G. Farmer, Hygromorphic materials for sustainable responsive architecture, *Constr. Build. Mater.* 98 (2015) 570–582, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.08.136>.
- [316] S. Reichert, A. Menges, D. Correa, Meteorosensitive architecture: biomimetic building skins based on materially embedded and hygroscopically enabled responsiveness, *Comput. Des.* 60 (2015) 50–69, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cad.2014.02.010>.
- [317] A. Le Duigou, M. Castro, Moisture-induced self-shaping flax-reinforced polypropylene bio composite actuator, *Ind. Crop. Prod.* 71 (2015) 1–6, <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.03.077>.
- [318] C. Dawson, J. Vincent, A. Rocca, How pinecone open, *Nature* 390 (1997) 668.

- [319] I. Burgert, P. Fratzl, Actuation systems in plants as prototypes for bioinspired devices, *Philos. Trans. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.* 367 (2009) 1541–1557.
- [320] Yubo Tao <sup>1</sup>, Honglei Wang <sup>1</sup>, Zelong Li <sup>2</sup>, Peng Li <sup>1,\*</sup> and Sheldon Q. Shi Development and Application of Wood Flour-Filled Polylactic Acid Composite Filament for 3D Printing Materials 2017, 10, 339; doi:10.3390/ma10040339.
- [321] Teng-Chun Yang Effect of Extrusion Temperature on the Physico-Mechanical Properties of Unidirectional Wood Fiber-Reinforced Polylactic Acid Composite (WFRPC) Components Using Fused Deposition Modeling Polymers 2018, 10, 976; doi:10.3390/polym10090976.
- [322] Sofiane Guessasma <sup>1,\*</sup>, Sofiane Belhabib <sup>2</sup> and Hedi Nouri Microstructure and Mechanical Performance of 3D Printed Wood-PLA/PHA Using Fused Deposition Modelling: Effect of Printing Temperature Polymers 2019, 11, 1778; doi:10.3390/polym11111778.
- [323] Yu Dong<sup>1</sup> Jamie Milentis<sup>1</sup> Alokesh Pramanik<sup>1</sup> Additive manufacturing of mechanical testing samples based on virgin poly (lactic acid) (PLA) and PLA/wood fibre composites Adv. Manuf. (2018) 6:71–82 <https://doi.org/10.1007/s40436-018-0211-3>.
- [324] Nadir Ayrimis<sup>1</sup> & Mirko Kariz<sup>2</sup> & Jin Heon Kwon<sup>3</sup> & Manja Kitek Kuzman<sup>2</sup> Effect of printing layer thickness on water absorption and mechanical properties of 3D-printed wood/PLA composite materials Int J Adv Manuf Technol (2019) 102:2195–2200.
- [325] Zhaobing Li<sup>a,b,c</sup>, Qian Lei<sup>d,\*</sup>, Shuaiqi Xing<sup>a</sup> Mechanical characteristics of wood, ceramic, metal and carbon fiber-based PLA composites fabricated by FDM *Journal of Materials Technology* 2019;8(5):3741–3751.
- [326] Guoying Dong et al. / *Procedia Manufacturing* 26 (2018) 774–781.
- [327] Nik Mizamzul Mehat<sup>1</sup> and Shahrul Kamaruddin<sup>2</sup> **Investigating the Effects of Injection Molding Parameters on the Mechanical Properties of Recycled Plastic Parts Using the Taguchi Method** *Materials and Manufacturing Processes*, 26: 202–209, 2011.
- [328] Nellian, S. *Integration of Taguchi Design of Experiments and Finite Element Method for Robust Design* Msc. Thesis, Department of Mechanical Engineering, Massachusetts University: USA, 1996.

- [329] Pan, L.K.; Wang, C.C.; Wei, S.L.; Sher, H.F. Optimizing multiple quality characteristics via Taguchi method-based Grey analysis. *Journal of Materials Processing Technology* **2007**, *182*, 107–116.
- [330] Gaitonde, V.N.; Karnik, S.R.; Mata, F.; Davim, J.P. Taguchi approach for achieving better machinability in unreinforced and reinforced polyamides. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* **2008**, *27*, 909–924.
- [331] Taguchi, G. *Introduction to Quality Engineering*; Mc Graw-Hill: New York, 1990.
- [332]. Peace, G.S. *Taguchi Methods*; Addison-Wesley Publishing Company: Taipei, 1993; pp. 281–291.
- [333]. Yong, W.H.; Tarng, Y.S. Design optimization of cutting parameters for turning operations based on Taguchi method. *Journal Material Process Technology* **1998**, *84*, 122–9.
- [334] Kim, Y.J.; Cho, B.R. Economic consideration on parameter design. *Quality and Reliability Engineering International* **2000**, *16*, 501–514.
- [335] Antony, J. Simultaneous optimisation of multiple quality characteristics in manufacturing processes using Taguchi's quality loss function. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* **2001**, *17*, 134–138.
- [336] Liao, S.J.; Chang, D.Y.; Chen, H.J.; Tsou, S.J.; Ho, J.R.; Yau, H.T.; Hsieh, W.H.; Wang, H.T.; Su, Y.C. Optimal process conditions of shrinkage and warpage of thin-wall parts. *Polymer Engineering Science* **2004**, *44* (5), 917–928.
- [337] Ozcelik, B.; Sonat, I. Warpage and structural analysis of thin shell plastic in the plastic injection molding. *Materials and Design* **2009**, *30*, 367–375.
- [338] F. Mijiyawa, These de doctorat UQTR [https://constellation.uqac.ca/4480/1/Mijiyawa\\_uqac\\_0862D\\_10414.pdf](https://constellation.uqac.ca/4480/1/Mijiyawa_uqac_0862D_10414.pdf)
- [339] ISO 527-1:2012. Plastics -Determination of tensile properties - Part 1: General principles.
- [340] Minde Jin , Reiner Giesa , Christian Neuber , Hans-Werner Schmidt, Filament Materials Screening for FDM 3D Printing by Means of Injection-Molded Short Rods, *Macromol. Mater. Eng.* **2018**, *303*, 1800507.
- [341] Veeco Co., Surface Measurement Parameters for Wyko Optical Profilers,

Veeco Instruments Inc, [http://zeus.plmssc.psu.edu/~manias/MatSc597/docs/di\\_roughness.pdf](http://zeus.plmssc.psu.edu/~manias/MatSc597/docs/di_roughness.pdf) (accessed: September 2018).

[342] E. S. Gadelmawla, M. M. Koura, T. Maksoud, I. M. Elewa, H. H. Soliman, *J. Mater. Process. Technol.* **2002**, *123*, 133.

[343] DSC Measurement of Polyethylene, The correlation of polyethylene density and melting

[https://www.hitachihightech.com/file/global/pdf/products/science/appli/ana/thermal/application\\_TA\\_026e.pdf](https://www.hitachihightech.com/file/global/pdf/products/science/appli/ana/thermal/application_TA_026e.pdf).

[344] <https://support.minitab.com/fr-fr/minitab/18/help-and-how-to/modeling-statistics/doe/how-to/taguchi/analyze-taguchi-design/interpret-the-results/key-results/>.

[345] G. Belingardi, R. Vadori *Low velocity impact tests of laminate glass-fiber-epoxy matrix composite material plates*, International Journal of Impact Engineering 27 (2002) 213–229.

[346] SJOBLÖM P.O., TIMOTHY HARTNESS J. *On Low-Velocity Impact Testing of Composite Materials* Journal of COMPOSITE MATERIALS, Vol. 22 -January 1988.

[347] Ntenga R., Lahe S.F., Ateba J. A., Beda T. Numerical Simulations of Azobé/Urea Formaldehyde Wood Plastic Composite Behaviors under Charpy Impact and Low-Velocity Drop Weight Tests J. Compos. Sci. 2018, 2, 60.

[348] B. Bax, J. Muššig / Impact and tensile properties of PLA/Cordenka and PLA/flax composites Composites Science and Technology 68 (2008) 1601–1607.

[349] Thomason JL, Vlugg MA. Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 4. Impact properties. Compos Part A 1997;28A:277–88.

[350] Zainudin ES, Sapuan SM. Impact strength and hardness properties of banana pseudo-stem filled unplasticized PVC composites. Multidiscip Model Mater Struct 2009; 5:277–82.

[351] Ismail H, Shuhelmy S, Edyham MR. The effects of a silane coupling agent on curing characteristics and mechanical properties of bamboo fibre filled natural Rubber composites. Eur Polym J 2002;38:39–47.

[352] El-Shekeil Y.A., Sapuan S.M, Abdan K., Zainudin E.S, Influence of fiber content on the mechanical and thermal properties of Kenaf fiber reinforced thermoplastic polyurethane composites Materials and Design 40 (2012) 299–303.

[353][https://fr.wikipedia.org/wiki/Cristallisation\\_d%27un\\_polym%C3%A8re](https://fr.wikipedia.org/wiki/Cristallisation_d%27un_polym%C3%A8re) Wikipédia, 27-09-2020.

## ANNEXES

## Annexes A

### Annexes A , Résultats expérimentaux : Rapport signal/bruit, d'analyse de variance et le graphique des effets principaux pour le rapport S/B pour les échantillons de flexion

#### A-1 : Les échantillons de flexion 30%

**Tableau A-1 : Résultats des échantillons de flexion 30%**

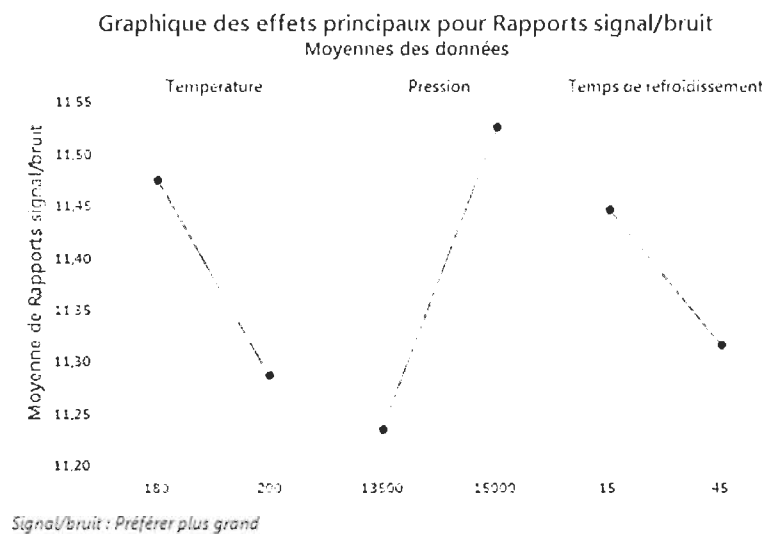
Température	Pression	Temps de refroidissement	Module de Young	Contrainte max	Allongement rup.
200	13500	15	3,7089	53,1636	0,683414
200	15000	45	3,7593	53,5515	0,652647
180	13500	45	3,7125	53,7515	0,650451
180	15000	15	3,8119	54,3455	0,658307
200	13500	15	3,6429	53,1636	0,683414
200	15000	45	3,6052	52,3758	0,652647
180	13500	45	3,6891	52,7697	0,691266
180	15000	15	3,8033	53,7515	0,667257
200	13500	15	3,6052	52,5758	0,683414
200	15000	45	3,6905	53,5515	0,652647
180	13500	45	3,6067	52,3758	0,650451
180	15000	15	3,9131	54,7394	0,606172
200	13500	15	3,6161	53,5576	0,683414
200	15000	45	3,7277	53,7515	0,702174
180	13500	45	3,6765	52,9636	0,683838
180	15000	15	3,8357	54,5394	0,658756
200	13500	15	3,5931	52,5758	0,683414
200	15000	45	3,7247	53,1636	0,658968

180	13500	45	3,6046	52,5697	0,650451
180	15000	15	3,8357	54,5394	0,658756

**Module de Young en fonction de Température; Pression; Temps de refroidissement**

**Tableau A-2 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps de refroidissement
1	11,47	11,23	11,44
2	11,28	11,52	11,31
Delta	0,19	0,29	0,13
Rang	2	1	3



**Figure A-1. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

**Tableau A-3 : Analyse de la variance**

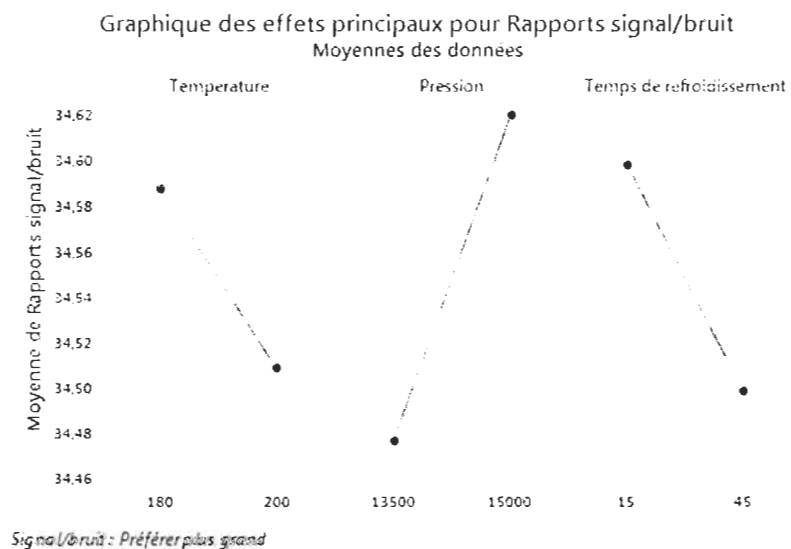


Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,03325	0,033252	13,38	0,002
Pression	1	0,07831	0,078313	31,52	0,000
Temps de refroidissement	1	0,01619	0,016194	6,52	0,021
Erreur	16	0,03975	0,002484		
Total	19	0,16751			

Contrainte max en fonction de Température; Pression; Temps de refroidissement

Tableau A-4 : Réponses pour les rapports signal/bruit

Niveau	Température	Pression	Temps de refroidissement
1	34,59	34,48	34,60
2	34,51	34,62	34,50
Delta	0,08	0,14	0,10
Rang	3	1	2



**Figure A-2. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

**Tableau A-5 : Analyse de la variance**

<b>Source</b>	<b>DL</b>	<b>SomCar ajust</b>	<b>CM ajust</b>	<b>Valeur F</b>	<b>Valeur de p</b>
Température	1	1,208	1,2079	5,32	0,035
Pression	1	3,909	3,9094	17,23	0,001
Temps de refroidissement	1	1,877	1,8772	8,27	0,011
Erreur	16	3,630	0,2269		
Total	19	10,625			

**Allongement rup. en fonction de Température; Pression; Temps de refroidissement**

**Tableau A-6 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

<b>Niveau</b>	<b>Température</b>	<b>Pression</b>	<b>Temps de refroidissement</b>
1	-3,655	-3,428	-3,533
2	-3,438	-3,665	-3,559
Delta	0,217	0,237	0,026
Rang	2	1	3

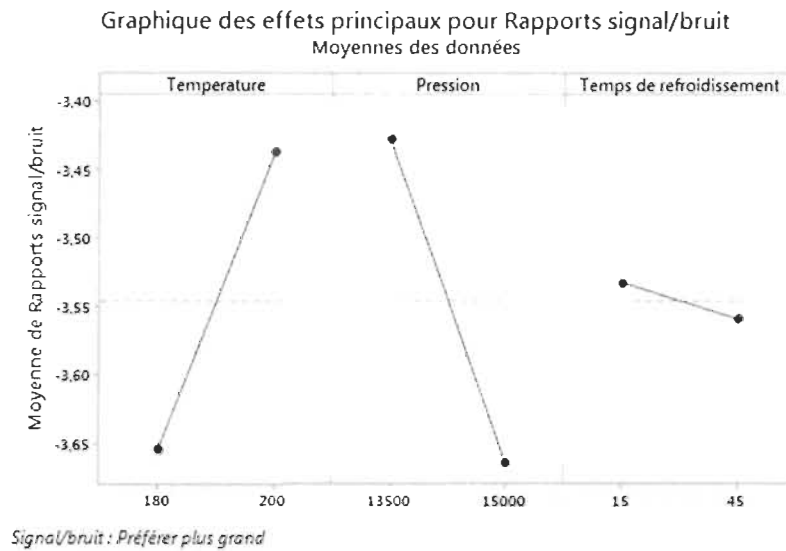


Figure A-3 . Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

Tableau A-7 : Analyse de la variance

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,001287	0,001287	3,44	0,082
Pression	1	0,001535	0,001535	4,10	0,060
Temps de refroidissement	1	0,000022	0,000022	0,06	0,813

## A-2 : Les échantillons de flexion 20%

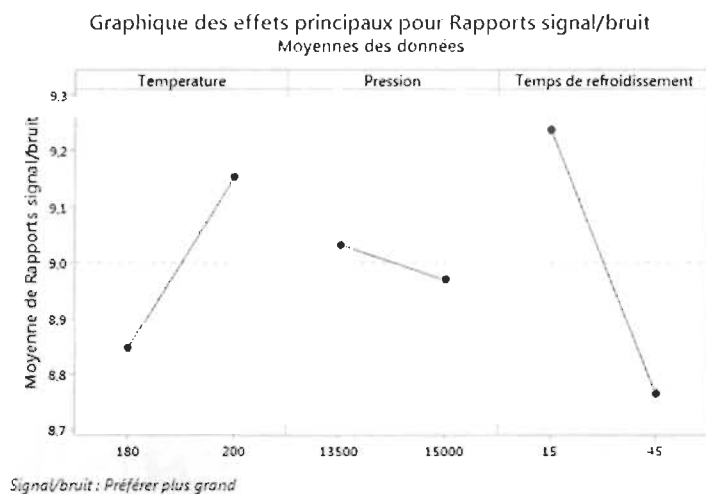
Tableau A-8 : Résultats des échantillons de flexion 20%

Température	Pression	Temps de refroidissement	Module de Young	Contrainte maxim
200	13500	15	3,0083	43,9091
200	15000	45	2,8093	41,7394
180	13500	45	2,8470	43,3152
180	15000	15	2,8755	43,1212
200	13500	15	2,9368	43,7091
200	15000	45	2,7443	41,5455
180	13500	45	2,7060	40,7576
180	15000	15	2,8170	42,7273
200	13500	15	2,9585	44,1030
200	15000	45	2,7991	42,1333
180	13500	45	2,6706	40,7576
180	15000	15	2,8526	43,5152
200	13500	15	2,9684	43,7091
200	15000	45	2,7763	42,1333
180	13500	45	2,6298	39,5758
180	15000	15	2,8075	42,7273
200	13500	15	2,9229	43,1212
200	15000	45	2,7795	42,1333
180	13500	45	2,6829	40,3636
180	15000	15	2,8237	43,3152

**Module de Young en fonction de Température; Pression; Temps de refroidissement**

**Tableau A-9 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps de refroidissement
1	8,846	9,031	9,236
2	9,153	8,968	8,763
Delta	0,307	0,063	0,473
Rang	2	3	1



**Figure A-4. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

**Tableau A-10 : Analyse de la variance**

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,049084	0,049084	20,98	0,000
Pression	1	0,003036	0,003036	1,30	0,271
Temps de refroidissement	1	0,116495	0,116495	49,79	0,000
Erreur	16	0,037436	0,002340		
Total	19	0,206051			

Contrainte maxim en fonction de Température; Pression; Temps de refroidissement

Tableau A-11 : Réponses pour les rapports signal/bruit

Niveau	Température	Pression	Temps de refroidissement
1	32,46	32,52	32,75
2	32,63	32,57	32,34
Delta	0,17	0,05	0,41
Rang	2	3	1

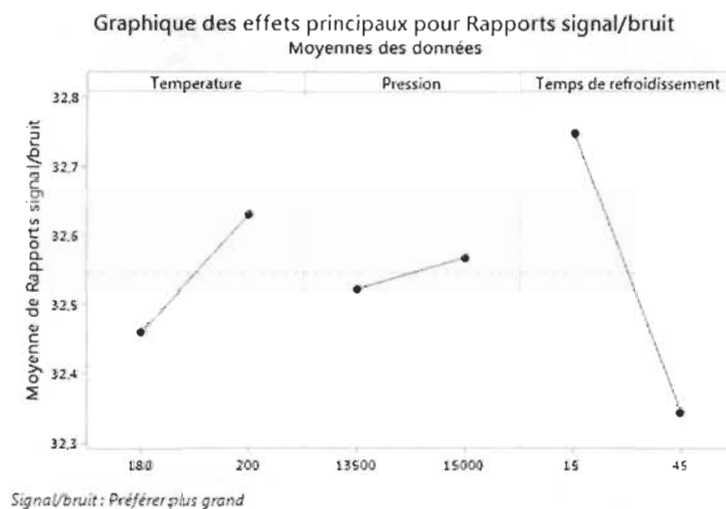


Figure A-5. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

Tableau A-12 : Analyse de la variance

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	3,2487	3,2487	5,62	0,031
Pression	1	0,1566	0,1566	0,27	0,610

Temps de refroidissement	1	19,0184	19,0184	32,92	0,000
Erreur	16	9,2442	0,5778		
Total	19	31,6679			

### A-3 : Les échantillons de flexion 10%

**Tableau A-13 : Résultats des échantillons de flexion 10%**

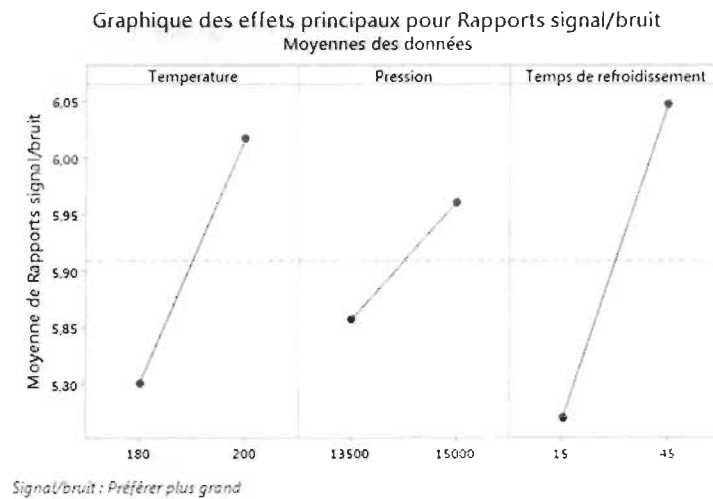
Température	Pression	Temps de refroidissement	Module de Young	Contrainte max
200	13500	15	1,92380	32,0970
200	15000	45	2,02940	32,8788
180	13500	45	1,94800	32,2909
180	15000	15	1,95340	32,2909
200	13500	15	1,95130	32,0909
200	15000	45	2,07090	33,4727
180	13500	45	2,03140	2,0314
180	15000	15	1,90800	31,3030
200	13500	15	1,99270	32,4848
200	15000	45	2,05480	33,4727
180	13500	45	1,95400	32,2909
180	15000	15	1,94470	32,2970
200	13500	15	1,94610	32,4909
200	15000	45	2,05010	32,8848
180	13500	45	1,94250	31,9030
180	15000	15	1,92870	31,7030
200	13500	15	1,96691	32,6848

200	15000	45	2,01570	32,8788
180	13500	45	1,97590	32,4909
180	15000	15	1,91850	31,9030

**Module de Young en fonction de Température; Pression; Temps de refroidissement**

**Tableau A-14 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps de refroidissement
1	5,800	5,857	5,770
2	6,018	5,961	6,048
Delta	0,217	0,104	0,279
Rang	2	3	1



**Figure A-6. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

**Tableau A-15 : Analyse de la variance**



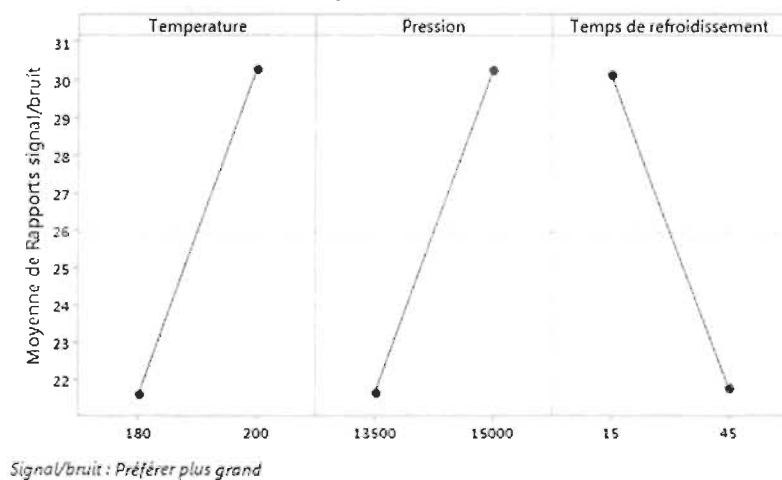
Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,012331	0,012331	17,63	0,001
Pression	1	0,002918	0,002918	4,17	0,058
Temps de refroidissement	1	0,020390	0,020390	29,14	0,000
Erreur	16	0,011194	0,000700		
Total	19	0,046833			

**Contrainte max en fonction de Température; Pression; Temps de refroidissement**

**Tableau A-16 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps de refroidissement
1	21,58	21,64	30,14
2	30,30	30,24	21,74
Delta	8,73	8,60	8,40
Rang	1	2	3

**Graphique des effets principaux pour Rapports signal/bruit**  
Moyennes des données



**Figure A-7. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

**Tableau A-17 : Analyse de la variance**

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	68,20	68,20	1,49	0,240
Pression	1	51,94	51,94	1,14	0,302
Temps de refroidissement	1	30,63	30,63	0,67	0,425
Erreur	16	731,83	45,74		
Total	19	882,59			

## Annexes B

### Résultats expérimentaux : Rapport signal/bruit, d'analyse de variance et le graphique des effets principaux pour le rapport S/B pour les échantillons de traction

#### B-1 : Les échantillons de traction 30%

**Tableau B-1 : Résultats des échantillons de traction 30%**

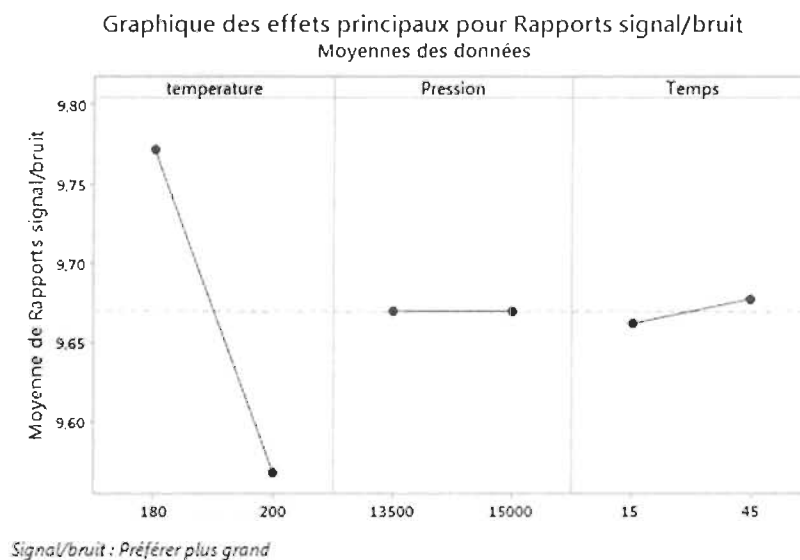
Température	Pression	Temps	Module de Young	Contrainte max	Allongement
200	13500	15	3,5215	36,5021	6,9261
200	15000	45	3,0022	36,9033	5,4400
180	13500	45	3,1488	38,1147	5,9535
180	15000	15	3,0031	38,4541	6,7522
200	13500	15	3,1077	36,0024	8,4258
200	15000	45	3,0850	36,9034	6,7000
180	13500	45	2,6746	38,1356	6,2548
180	15000	15	3,0464	38,4750	4,7299
200	13500	15	2,9270	36,7827	6,0260
200	15000	45	3,3641	36,7269	6,9400
180	13500	45	3,3339	38,2748	4,6210
180	15000	15	2,9220	38,2955	6,2556
200	13500	15	3,0624	36,7224	6,5682
200	15000	45	2,9555	36,5620	6,5320
180	13500	45	3,0782	38,0140	4,9691
180	15000	15	3,0782	38,0139	4,5700
200	13500	15	2,6189	36,7828	7,2390
200	15000	45	2,7473	36,6424	6,1124

180	13500	45	3,3363	38,6952	5,8671
180	15000	15	3,3972	38,6951	5,8671

### Module de Young en fonction de température; Pression; Temps

**Tableau B-2 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps
1	9,772	9,670	9,662
2	9,568	9,670	9,678
Delta	0,204	0,000	0,016
Rang	1	3	2



**Figure B-1. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

**Tableau B-3 : Analyse de la variance**

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,01966	0,019663	0,30	0,592
Pression	1	0,00217	0,002169	0,03	0,858

Temps	1	0,00009	0,000086	0,00	0,972
Erreur	16	1,05315	0,065822		
Total	19	1,07507			

Contrainte max en fonction de température; Pression; Temps

Tableau B-4 : Réponses pour les rapports signal/bruit

Niveau Température Pression Temps

1	31,67	31,46	31,47
2	31,28	31,49	31,48
Delta	0,39	0,04	0,01
Rang	1	2	3

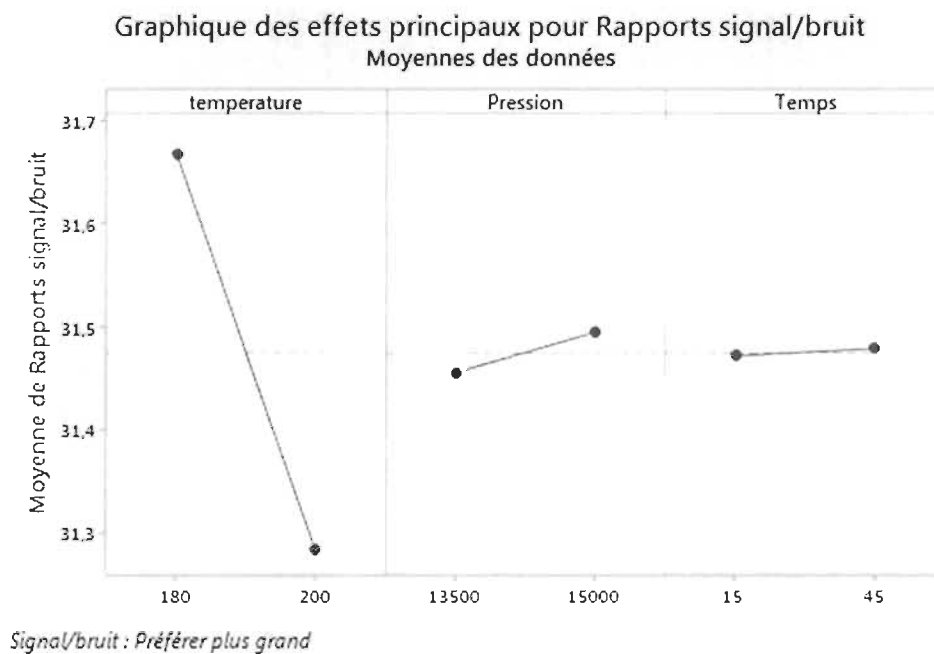


Figure B-2. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

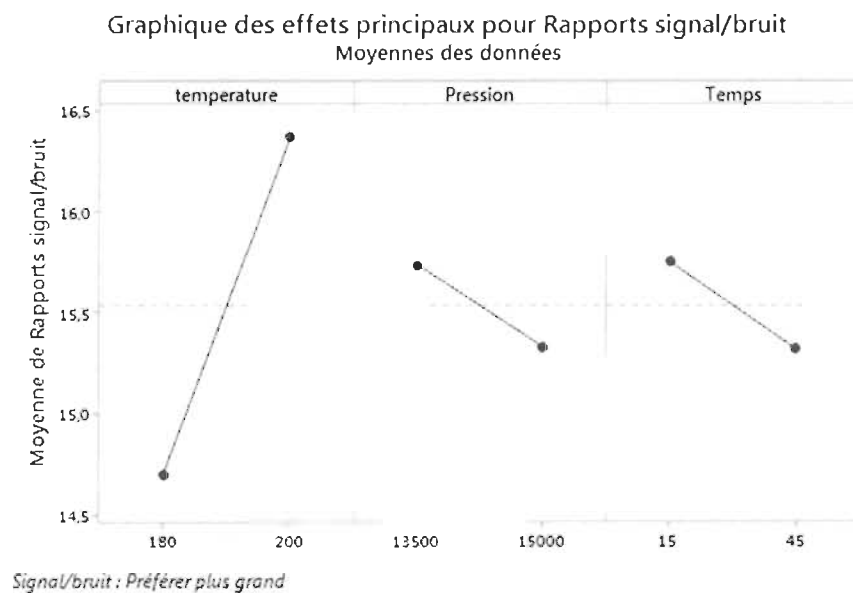
Tableau B-5 : Analyse de la variance

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	13,8403	13,8403	206,00	0,000
Pression	1	0,1353	0,1353	2,01	0,175
Temps	1	0,0030	0,0030	0,05	0,834
Erreur	16	1,0750	0,0672		
Total	19	15,0535			

**Allongement en fonction de température; Pression; Temps**

**Tableau B-6 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps
1	14,69	15,74	15,75
2	16,37	15,33	15,32
Delta	1,68	0,41	0,43
Rang	1	3	2



**Figure B-3. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

**Tableau B-7 : Analyse de la variance**

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	6,1264	6,1264	9,60	0,007
Pression	1	0,4355	0,4355	0,68	0,421
Temps	1	0,7880	0,7880	1,23	0,283
Erreur	16	10,2117	0,6382		
Total	19	17,5616			

## B-2 Les échantillons de traction 20%

**Tableau B-8 : Résultats des échantillons de traction 20%**

Température	Pression	Temps	Module de Young	Contrainte max	Allongement
200	13500	15	2,2506	30,4030	12,0820
200	15000	45	2,1548	29,7027	15,5540
180	13500	45	2,2409	29,9041	16,2157
180	15000	15	2,2244	29,6633	15,1963
200	13500	15	2,2247	30,5628	13,2883
200	15000	45	2,1676	29,7825	13,2500
180	13500	45	2,1963	29,5441	15,1500
180	15000	15	2,1151	29,8230	14,1068
200	13500	15	2,4623	30,5025	13,5268
200	15000	45	2,1095	29,1828	14,7710
180	13500	45	2,0541	29,7431	15,8045
180	15000	15	2,3160	29,6620	13,8290

200	13500	15	2,2829	30,4240	14,4000
200	15000	45	2,1833	29,1828	14,7706
180	13500	45	2,1833	29,1828	14,7710
180	15000	15	2,2128	29,7400	13,1400
200	13500	15	2,2047	30,5800	13,2700
200	15000	45	2,2759	30,1634	13,9000
180	13500	45	2,0387	29,3230	17,2956
180	15000	15	2,2813	30,2630	14,1819

### Module de Young en fonction de Température; Pression; Temps

Tableau B-9 : Réponses pour les rapports signal/bruit

Niveau	Température	Pression	Temps
1	6,777	6,879	7,056
2	6,956	6,854	6,677
Delta	0,179	0,025	0,378
Rang	2	3	1

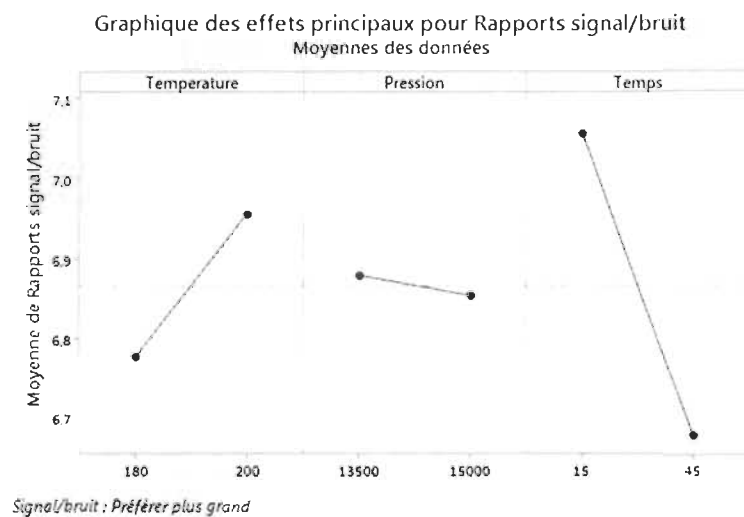




Figure B-4. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

Tableau B-10 : Analyse de la variance

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,010279	0,010279	1,44	0,247
Pression	1	0,000478	0,000478	0,07	0,799
Temps	1	0,047084	0,047084	6,61	0,021
Erreur	16	0,114046	0,007128		
Total	19	0,171886			

Contrainte max en fonction de Température; Pression; Temps

Tableau B-11 : Réponses pour les rapports signal/bruit

Niveau	Température	Pression	Temps
1	29,45	29,55	29,59
2	29,55	29,46	29,42
Delta	0,10	0,09	0,17
Rang	2	3	1

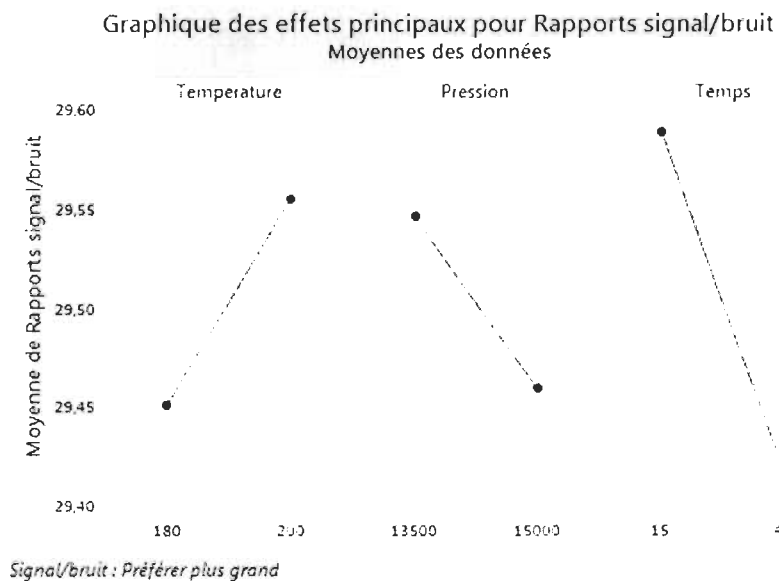


Figure B-5. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

Tableau B-12 : Analyse de la variance

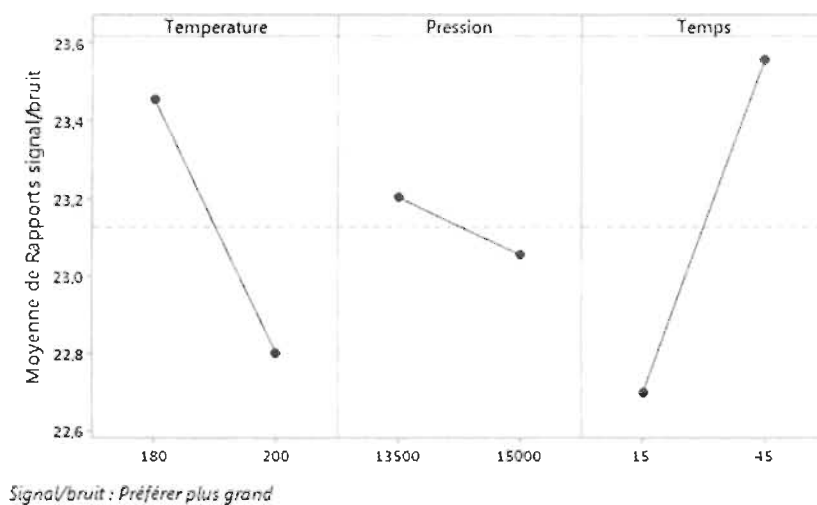
Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,6618	0,66181	7,93	0,012
Pression	1	0,4512	0,45118	5,41	0,034
Temps	1	1,7478	1,74779	20,95	0,000
Erreur	16	1,3349	0,08343		
Total	19	4,1957			

Allongement en fonction de Température; Pression; Temps

Tableau B-13 : Réponses pour les rapports signal/bruit

Niveau	Température	Pression	Temps
1	23,46	23,20	22,70
2	22,80	23,05	23,56
Delta	0,65	0,15	0,86
Rang	2	3	1

Graphique des effets principaux pour Rapports signal/bruit  
Moyennes des données



**Figure B-6. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

**Tableau B-14 : Analyse de la variance**

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	5,9167	5,9167	7,89	0,013
Pression	1	0,4818	0,4818	0,64	0,434
Temps	1	10,4565	10,4565	13,95	0,002
Erreur	16	11,9953	0,7497		
Total	19	28,8502			

### **B-3 Les échantillons de traction 10%**

**Tableau B-15 : Résultats des échantillons de traction 10%**

Température	Pression	Temps	Module de Young	Contrainte max
200	13500	15	1,5741	21,9898
200	15000	45	1,4400	22,5313
180	13500	45	1,4869	23,4156
180	15000	15	1,5215	23,0940
200	13500	15	1,5592	22,1910
200	15000	45	1,4546	22,3303
180	13500	45	1,5372	23,2331
180	15000	15	1,6416	23,2948
200	13500	15	1,6151	23,7156
200	15000	45	1,4822	22,3160
180	13500	45	1,4451	23,2331
180	15000	15	1,4809	23,2332

200	13500	15	1,7628	21,6469
200	15000	45	1,5693	22,0293
180	13500	45	1,4364	23,7551
180	15000	15	1,7248	23,1440
200	13500	15	1,8624	22,6719
200	15000	45	1,9229	21,9096
180	13500	45	1,6324	22,8536
180	15000	15	1,4595	23,3343

### Module de Young en fonction de Température; Pression; temps

Tableau B-16 : Réponses pour les rapports signal/bruit

Niveau	Température	Pression	Temps
1	3,689	3,977	4,129
2	4,106	3,818	3,666
Delta	0,417	0,159	0,463
Rang	2	3	1

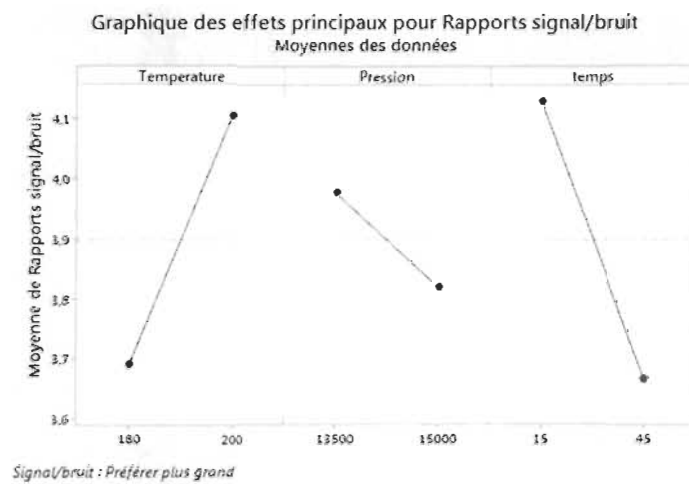


Figure B-7. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

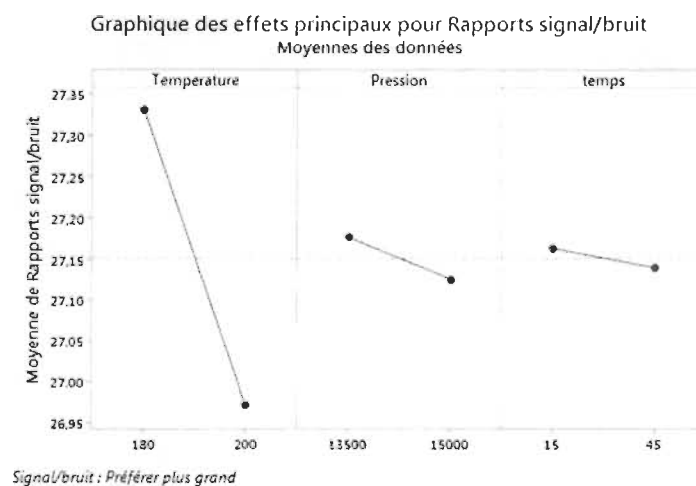
**Tableau B-17 : Analyse de la variance**

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,038395	0,038395	1,98	0,178
Pression	1	0,002296	0,002296	0,12	0,735
Temps	1	0,031593	0,031593	1,63	0,220
Erreur	16	0,309750	0,019359		
Total	19	0,382035			

**Contrainte max en fonction de Température; Pression; temps**

**Tableau B-18 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps
1	27,33	27,18	27,16
2	26,97	27,13	27,14
Delta	0,36	0,05	0,02
Rang	1	2	3



**Figure B-8. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B**

**Tableau B-19 : Analyse de la variance**

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	4,28656	4,28656	20,82	0,000
Pression	1	0,11084	0,11084	0,54	0,474
Temps	1	0,02510	0,02510	0,12	0,732
Erreur	16	3,29470	0,20592		
Total	19	7,71720			

## Annexes C

### Résultats expérimentaux : Rapport signal/bruit, d'analyse de variance et le graphique des effets principaux pour le rapport S/B pour les échantillons d'Izod

#### C-1 : Les échantillons d'Izod 40%

Tableau C-1 : Résultats des échantillons d'Izod 40%

Température	Pression	Time	Energie
200	13500	15	4,51
200	15000	45	4,44
180	13500	45	4,59
180	15000	15	4,64
200	13500	15	4,43
200	15000	45	3,81
180	13500	45	4,48
180	15000	15	4,59
200	13500	15	4,11
200	15000	45	3,59
180	13500	45	4,33
180	15000	15	4,77
200	13500	15	4,01
200	15000	45	3,51
180	13500	45	4,31
180	15000	15	4,69
200	13500	15	4,32
200	15000	45	3,52
180	13500	45	4,54
180	15000	15	4,89

## Energie en fonction de Température; Pression; Time

Tableau C-2 : Réponses pour les rapports signal/bruit

Niveau	Température	Pression	Time
1	13,21	12,78	13,03
2	12,02	12,45	12,20
Delta	1,20	0,33	0,83
Rang	1	3	2

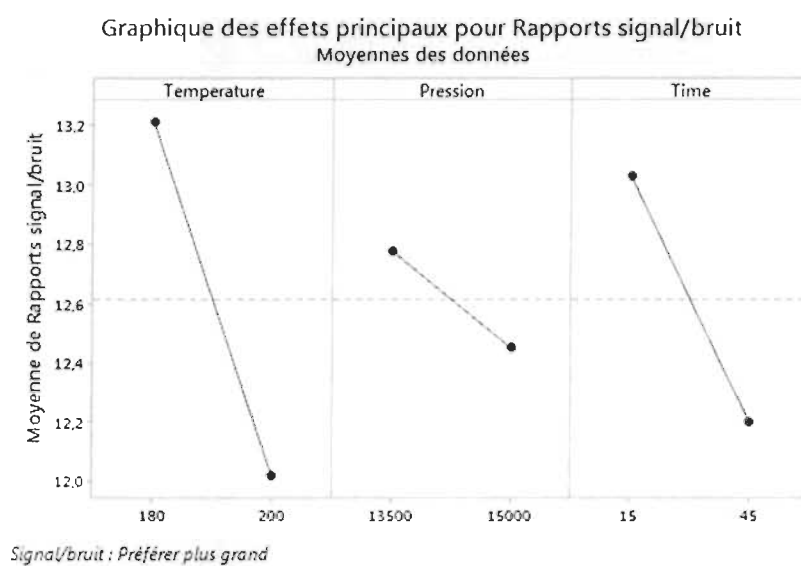


Figure C-1. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

Tableau C-3 : Analyse de la variance

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	1,55682	1,55682	27,38	0,000
Pression	1	0,06962	0,06962	1,22	0,285
Time	1	0,73728	0,73728	12,97	0,002
Erreur	16	0,90976	0,05686		
Total	19	3,27348			



## C-2 : Les échantillons d' Izod 30%

**Tableau C-4 : Résultats des échantillons d'Izod 30%**

Température	Pression	Temps	Energie
200	13500	15	4,81
200	15000	45	4,54
180	13500	45	4,72
180	15000	15	5,54
200	13500	15	5,19
200	15000	45	4,54
180	13500	45	4,72
180	15000	15	5,02
200	13500	15	5,28
200	15000	45	3,92
180	13500	45	4,15
180	15000	15	5,16
200	13500	15	4,88
200	15000	45	4,42
180	13500	45	4,32
180	15000	15	4,98
200	13500	15	4,97
200	15000	45	3,87
180	13500	45	4,38
180	15000	15	5,20

**Energie en fonction de Température; pression; temps**

**Tableau C-5 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps
1	13,61	13,48	14,14
2	13,26	13,39	12,73
Delta	0,35	0,09	1,40
Rang	2	3	1

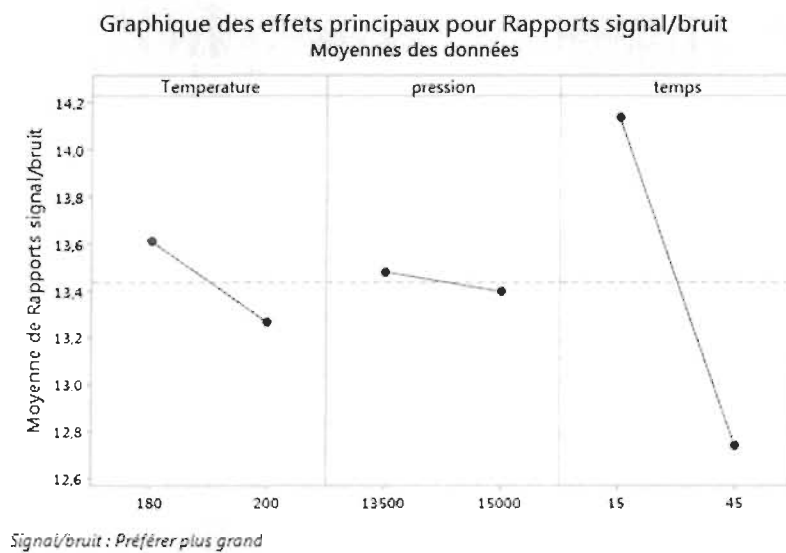


Figure C-2. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

Tableau C-6 : Analyse de la variance

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,15665	0,15665	2,35	0,145
Pression	1	0,00264	0,00264	0,04	0,845
Temps	1	2,77512	2,77512	41,66	0,000
Erreur	16	1,06588	0,06662		
Total	19	4,00029			

### C-3 : Les échantillons d'Izod 20%

Tableau C-7 : Résultats des échantillons d'Izod 20%

Température	Pression	Temps de maintien	Energie
200	13500	15	5,04
200	15000	45	4,64
180	13500	45	5,17
180	15000	15	5,61
200	13500	15	4,67
200	15000	45	4,92
180	13500	45	4,90
180	15000	15	5,07
200	13500	15	5,44
200	15000	45	4,69
180	13500	45	5,06
180	15000	15	4,89
200	13500	15	5,26
200	15000	45	4,78
180	13500	45	5,01
180	15000	15	5,72
200	13500	15	4,77
200	15000	45	4,83
180	13500	45	5,01
180	15000	15	5,36

Energie en fonction de Température; Pression; temps de maintien

Tableau C-8 : Réponses pour les rapports signal/bruit

			Temps de maintien
Niveau	Température	Pression	
1	14,26	14,01	14,24
2	13,78	14,03	13,80
Delta	0,47	0,02	0,45
Rang	1	3	2

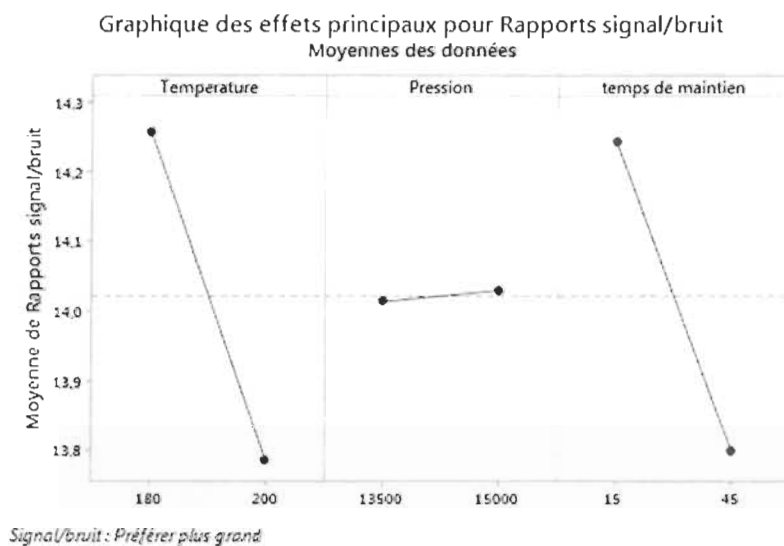


Figure C-3. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

Tableau C-9 : Analyse de la variance

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,38088	0,380880	6,10	0,025
Pression	1	0,00162	0,001620	0,03	0,874
Temps de maintien	1	0,39762	0,397620	6,37	0,023
Erreur	16	0,99840	0,062400		
Total	19	1,77852			

#### C-4 : Les échantillons d'Izod 10%

**Tableau C-10 : Résultats des échantillons d'Izod 10%**

Température	Pression	Temps	Energie
200	13500	15	4,12
200	15000	45	4,01
180	13500	45	3,86
180	15000	15	4,72
200	13500	15	3,84
200	15000	45	3,60
180	13500	45	4,41
180	15000	15	4,45
200	13500	15	4,16
200	15000	45	4,05
180	13500	45	4,34
180	15000	15	4,20
200	13500	15	3,93
200	15000	45	3,66
180	13500	45	3,80
180	15000	15	4,21

#### Energie en fonction de Température; Pression; Temps

**Tableau -11 : Réponses pour les rapports signal/bruit**

Niveau	Température	Pression	Temps
1	12,52	12,13	12,44
2	11,84	12,23	11,92
Delta	0,68	0,10	0,53
Rang	1	3	2

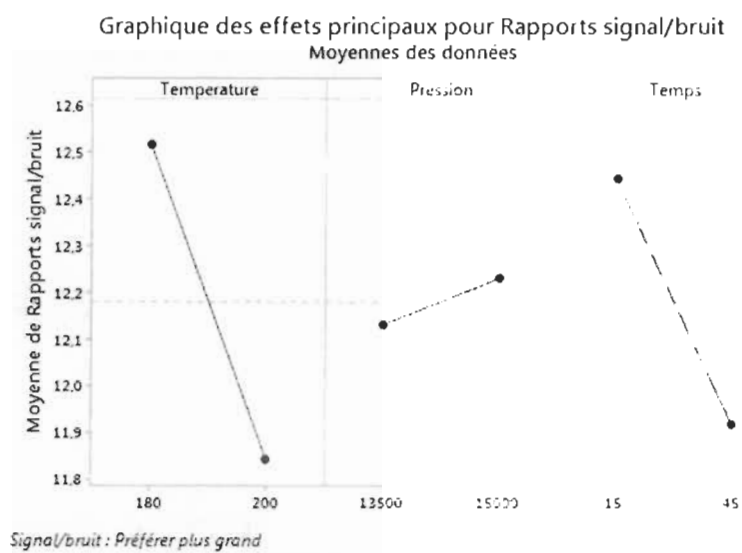


Figure C-4. Graphique des effets principaux pour le rapport S/B

Tableau C-12 : Analyse de la variance

Source	DL	SomCar ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Température	1	0,42903	0,42903	7,20	0,020
Pression	1	0,01210	0,01210	0,20	0,660
Temps	1	0,22563	0,22563	3,79	0,075
Erreur	12	0,71465	0,05955		
Total	15	1,38140			